

VŠB – Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra výrobních strojů a konstruování

Využití infračervené spektrometrie pro analýzu hydraulických olejů
The Use of Infrared Spectroscopy for the Analysis of Hydraulic Oils

Student:	Bc. Jan Ziffer
Vedoucí diplomové práce:	Ing. Ladislav Hrabec, Ph.D.

Ostrava 2014

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Jan Ziffer**

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství

Studijní obor: 3909T001 Konstrukční a procesní inženýrství

Specializace: 72 Technická diagnostika, opravy a udržování

Téma: **Využití infračervené spektrometrie pro analýzu hydraulických olejů**
The Use of Infrared Spectroscopy for the Analysis of Hydraulic Oils

Zásady pro vypracování:

Na základě požadavků a podkladů zadavatele proveďte posouzení vhodnosti využití infračervené spektrometrie pro analýzu hydraulických olejů.

V rámci zadání zpracujte:

1. Literární rešerši k problematice hydraulických olejů, včetně stanovení vhodných tribodiagnostických metod pro jejich hodnocení.
2. Na základě možností zadavatele vyberte vhodná výrobní zařízení ke sledování a odběru vzorků hydraulických olejů tak, aby existovala reálná možnost hodnocení těchto olejů v čase.
3. Posouzení možnosti využití chemometrického software TQ Analyst pro sestavení kalibrací pro normované metody analýzy (viskozita při 40°C, číslo kyselosti).
4. Ověření správnosti sestavených kalibrací s využitím schválených tribodiagnostických metod dle příslušných norem a „rychloanalýzy“ pomocí infračervené spektrometrie.
5. Vyhodnocení vhodnosti použití infračervené spektrometrie pro tribodiagnostickou analýzu hydraulických olejů.

Další pokyny a konzultace poskytne zadávající firma ESOS Ostrava, s.r.o., Ostrava.

Seznam doporučené odborné literatury:

HELEBRANT, František, ZIEGLER, Jiří a MARASOVÁ, Daniela. *Technická diagnostika a spolehlivost I - Tribodiagnostika*. 1. vydání, Ostrava : VŠB-TU Ostrava, 2001, 158 s. ISBN 80-7078-883-6.

HELEBRANT, František. *Technická diagnostika a spolehlivost IV - Provoz a údržba strojů*. 1. vydání, Ostrava, VŠB-TU Ostrava, 2008, 127 s. ISBN 978-80-248-1690-6.

KOPÁČEK, Jaroslav. *Technická diagnostika hydraulických mechanismů*. Praha : SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1990. 159 s. ISBN 80-03-00308-3.

ŠAFR, Emil. *Technika mazání*. 2. dopl. vydání, Praha : SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1970. 381 s. 04-010-70.

JANDERA, Pavel. *Atomová a molekulová spektroskopie se zaměřením na stopovou analýzu kontaminantů. Díl B, Molekulová spektroskopie v organické analýze*. Vyd. 2. Pardubice: Univerzita Pardubice, 2006. 288 s. ISBN 80-7194-906-X.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Ladislav Hrabec, Ph.D.**

Datum zadání: 13.12.2013

Datum odevzdání: 19.05.2014



doc. Dr. Ing. Ladislav Kovář
vedoucí katedry



doc. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.
děkan fakulty

Místopřisežně prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením Ing. Ladislava Hrabce, Ph.D. a uvedl jsem všechny použité podklady.

V Ostravě: 19.5.2014

Jan Gífler
.....
podpis

Prohlašuji, že

- a)** jsem byl seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 – školní dílo.
- b)** beru na vědomí, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB-TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§ 35 odst. 3).
- c)** souhlasím s tím, že diplomová práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- d)** bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- e)** bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- f)** beru na vědomí, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě: 19.5.2014

..... Jan Ziffer
podpis

Jméno a příjmení: Jan Ziffer

Adresa trvalého pobytu studenta:

Radkov 37E, 747 83

Anotace

Diplomová práce se zabývá využitím infračervené spektrometrie pro analýzu hydraulických olejů. Dále jsou v práci využity i jiné metody, vhodné pro analýzu hydraulických olejů.

V první části práce je rozdělení hydraulických systémů. V druhé části jsou popsány základní vlastnosti kapalin. Ve třetí části je rozdělení hydraulických olejů. Ve čtvrté části jsou popsány metody vhodné pro analýzu hydraulických olejů. V páté části se zabývám metodami infračervené spektrometrie. V šesté části jsou popsány jednotlivé metody v praxi, kterými byly testovány vzorky hydraulických olejů. V sedmé části jsou vyhodnocovány naměřené hodnoty.

Annotation

This thesis deals with the infrared spectroscopy utilization for the analysis of hydraulic oils. Furthermore, this work also describes other methods suitable for the analysis of hydraulic oils.

In the first part of the thesis we can find the distribution of hydraulic systems. The second part describes the basic properties of liquids. The third part explains the distribution of hydraulic oils. The fourth section describes the methods suitable for the analysis of hydraulic oils. The fifth section deals with the methods of infrared spectroscopy. The sixth chapter describes the individual methods in practice and the samples of hydraulic oils testing. Finally the seventh part evaluates the measured values.

ÚVOD.....	10
1 ROZDĚLENÍ HYDRAULICKÝCH MECHANISMŮ A ZÁKLADNÍ POJMY	11
1.1 Skladba hydraulických mechanismů	11
2 ZÁKLADNÍ VLASTNOSTI KAPALIN.....	14
2.1 Hustota	14
2.2 Stlačitelnost kapaliny.....	15
2.3 Viskozita	16
2.4 Tepelná kapacita kapalin	17
2.5 Povrchové napětí kapalin.....	17
2.6 Pěnění olejů	17
2.7 Kavitace	18
3 KLASIFIKACE HYDRAULICKÝCH OLEJŮ	19
3.1 Minerální oleje	19
3.2 Oleje se sníženou hořlavostí.....	20
3.3 Metody vhodné pro analýzu hydraulických olejů	21
3.3.1 Viskozita při 40°C	21
3.3.2 Stanovení obsahu vody	21
3.3.3 Číslo kyselosti ČSN ISO 6618.....	22
3.3.4 Kód čistoty - ČSN ISO 4406/87	23
3.4 Vliv nečistot v oleji na životnost hydraulických systémů	24
3.4.1 Druhy nečistot v oleji.....	24
3.5 Filtrace hydraulických olejů	25
3.5.1 Druhy filtrace olejů	26

4	TEORETICKÉ ZÁKLADY O INFRAČERVENÉ SPEKTROMETRII	28
4.1	Vliv nastavení parametrů spektrometru na tvar pásu	30
4.2	Vliv experimentálních podmínek na tvar pásu	30
4.3	Typy vibrací.....	31
4.4	Metody infračervené spektrometrie.....	32
4.4.1	Transmisní techniky.....	32
4.4.2	Odrazné techniky	35
4.4.3	Infračervená spektrometrie s Fourierovou transformací.....	39
5	ANALÝZA HYDRAULICKÝCH OLEJŮ	42
5.1	Postup odběru vzorku oleje	42
5.1.1	Odběr do vzorkovnic	43
5.2	Postup měření na IČ spektrometru.....	45
5.3	Postup měření viskozity viskozimetrem typu Ubbelohde – ČSN EN ISO 3104...	47
5.4	Stanovení kódu čistoty dle ČSN ISO 4406/87.....	49
5.5	Stanovení čísla kyselosti ČSN ISO 6618	51
5.6	Stanovení obsahu vody coulometricky v hydraulických olejích.....	54
5.7	.Testované oleje	56
5.7.1	Hydraulický Olej Hydransafe HFDU 46	56
5.7.2	Hydraulický olej Fuchs Renolin Hydro HME 46	64
6	ZÁVĚR	73

Seznam použitých zkratek a pojmů

Aj.		a jiné
Atd.		a tak dále
Cca.		cirka
Např.		například
Resp.		respektive
Tab.		tabulka
Tj.		to je
Tzv.		takzvaný
A	[mm]	konstanta kapiláry
Al		hliník
ATR		Attenuated Total Reflectance
Co		kobalt
Cu		měď
ČSN		česká státní norma
DIN		Deutsche Industrial Normen
EN		evropská norma
EPL	[mm]	efektivní hloubka průniku
Fe		železo
FTIR		Fourier transform infrared
FIR	[cm ⁻¹]	daleká IČ
HG		hydrogenerátor
HM		hydromotor
ISO		mezinárodní norma
IČ	[cm ⁻¹]	infračervené záření
MIR	[cm ⁻¹]	střední IČ
Mn		mangan
NAS		norma čistoty oleje
Ni		nikl
NIR	[cm ⁻¹]	blízká IČ
KBr		bromid draselný
KOH		hydroxid draselný

TAN	[mg KOH/g]	Total Acid Number
Δp	[Pa]	přírůstek tlaku
Δt	[°C]	přírůstek teploty
ZnSe		selenid zinečnatý
Δ	[m]	optický dráhový rozdíl
μ	[Pa·s]	dynamická viskozita
τ	[Pa]	tečné napětí
ν	[m ² .s ⁻¹]	kinematická viskozita
ρ	[kg.m ⁻³]	hustota
λ	[m]	vlnová délka

Úvod

Hlavním úkolem nasazení technické diagnostiky - tribologie je průběžné monitorování technického stavu strojů a strojních zařízení. Včasnou detekcí závad a jejich následným odstraněním lze předcházet neplánovaným odstávkám z důvodu poruchy či neočekávané havárie stroje. Odstávky strojů je třeba naplánovat tak, aby byl co nejméně ohrožen chod linky a ekonomický dopad pro podnik byl co nejmenší. Vhodnou aplikací zásad, udržováním oleje v nedegradovaném a čistém stavu lze snížit poruchovost a náklady na údržbu stroje na minimum.

V této diplomové práci se primárně zabývám využitím infračervené spektrometrie pro analýzu hydraulických olejů ve firmě ESOS Ostrava s.r.o. K získání potřebných dat pomocí IČ spektrometrie je potřeba mít k dispozici vzorek provozního oleje a vzorek oleje referenčního. Metodika je založena na porovnání spekter těchto dvou vzorků. Dále jsou zde použity i jiné metody vhodné pro analýzu hydraulických olejů.

Další metoda vhodná pro analýzu hydraulických olejů je kinematická viskozita při 40°C dle ČSN EN ISO 3104, číslo kyselosti dle ČSN ISO 6618, obsah vody coulometricky dle ČSN 65 0330, ISO 760 a kód čistoty dle ČSN EN 4406/87.

Pro analýzu byly vybrány vzorky dvou druhů hydraulických olejů. První analyzovaný olej byl TOTAL HYDRANSafe HFDU 46 což je hydraulický olej se sníženou hořlavostí. Druhý analyzovaný olej byl FUCHS RENOLIN HYDRO HME 46, což je hydraulický olej používaný u mnoha hydrostatických zařízení, kde jsou požadované velmi kvalitní hydraulické oleje s vysokou výkonností a maximální spolehlivostí.

Analýza infračervenou spektrometrií probíhala na spektrometru NICOLET AVATAR 320. Naměřená data se převáděla do PC pomocí programu Omnic. A dále byla provedena kalibrace pomocí programu TQ Analyst. Jako odrazový krystal je zde použit selenid zinečnatý (ZnSe).

Cíle této diplomové práce jsou tedy vybrat vhodná výrobní zařízení ke sledování a odběru vzorků hydraulických olejů, aby zde byla možnost hodnocení těchto olejů v čase, posouzení možnosti využití chemometrického systému TQ analyst pro sestavení kalibrací pro normované metody analýzy (viskozita při 40 °C a číslo kyselosti), ověření správnosti sestavených kalibrací s využitím schválených tribodiagnostických metod, příslušných norem a rychloanalýzy pomocí IČ spektrometrie a vyhodnocení vhodnosti použití infračervené spektrometrie pro tribodiagnostickou analýzu hydraulických olejů.

1 Rozdělení hydraulických mechanismů a základní pojmy

Hydraulické mechanismy – jsou zařízení využívající hydraulické kapaliny a jiné látky v tekutém stavu k přenosu energie a informací mezi hnacím a hnaným členem soustavy.

Hydraulický pohon – část hydraulického mechanismu určená k uvádění strojů nebo hydraulických mechanismů do pohybu, je tvořen hydromotorem a příslušným řídicím systémem.

Hydraulický převodový mechanismus - je to systém jednoho a více generátorů a motorů, sloužící k dosažení požadovaného a řízeného přenosu energie a pohybové frekvence.

Hydraulické mechanismy s přímočarým pohybem výstupního členu – s přímočarým hydromotorem, jsou prakticky totožné, protože jejich fyzikální podstata i matematický popis jsou shodné.

1.1 Skladba hydraulických mechanismů

Široké uplatnění hydrostatického přenosu energie v různých strojích a zařízeních se vyznačuje značnou rozmanitostí uskupení převodového mechanismu, které je určováno konstrukcí daného stroje a technologií jeho pracovního procesu. Hlavní parametry pro volbu převodového mechanismu jsou - druh použitého hnacího motoru (elektromotor, spalovací motor), jeho parametry a vlastnosti a hlavně také druh zátěže vyvozované hnaným strojem na výstupním členu mechanismu.

Hydrostatický převodový mechanismus bývá mnohdy kombinován s mechanismy **tuhými** (řetězové a řemenové převody nebo ozubená kola), **elektrickými**, **pneumatickými a hydrodynamickými**.

Tok energie v hydraulickém mechanismu se uskutečňuje převodem mechanické energie z hnacího motoru M (elektromotoru, spalovacího motoru) na hydraulickou v hydrogenerátoru HG, dále přenosem hydraulické energie vedením od hydrogenerátoru k hydromotoru HM a převodem hydraulické energie v hydromotoru a zpět na energii mechanickou k pohonu stroje S. Přenos energie se může provádět při

konstantních parametrech přenosu nebo regulovaných parametrech, a to těmito třemi způsoby - řízením hydrogenerátoru, řízením ve vedení nebo řízením hydromotoru. Často bývají tyto 3 možnosti vhodně kombinovány.

K přenosu energie v hydraulickém systému musí být sestaven hydraulický obvod, který má většinou tyto 3 hlavní části:

- **hydrostatický převodník** - mění mechanickou energii v tlakovou energii kapaliny
- **rozvod tlakové energie** - ovládá nebo reguluje, tzn. řídí proud nositele energie a tím určuje směr a rychlost působení hydraulického mechanismu a zabraňuje jeho přetížení. Patří zde vedení, rozváděče, ventily, čističe, nádrže apod.
- **hydrostatický převodník** - mění tlakovou energii kapaliny v mechanickou, jeden či více hydromotorů

Uspořádání těchto tři částí v hydraulický obvod může být různě kombinované např. druhem či počtem použitých hydraulických prvků i složitostí obvodu a závisí na požadavcích, které má hydraulický převodový mechanismus plnit.

Tok energie může být uspořádán jako otevřený nebo uzavřený a pak hovoříme o otevřeném nebo uzavřeném hydraulickém obvodu.

Otevřený hydraulický obvod

Je to obvod, ve kterém se vrací téměř všechna kapalina po předání energie do nádrže, odkud je opět hydrogenerátorem nasávána.

Uzavřený hydraulický obvod

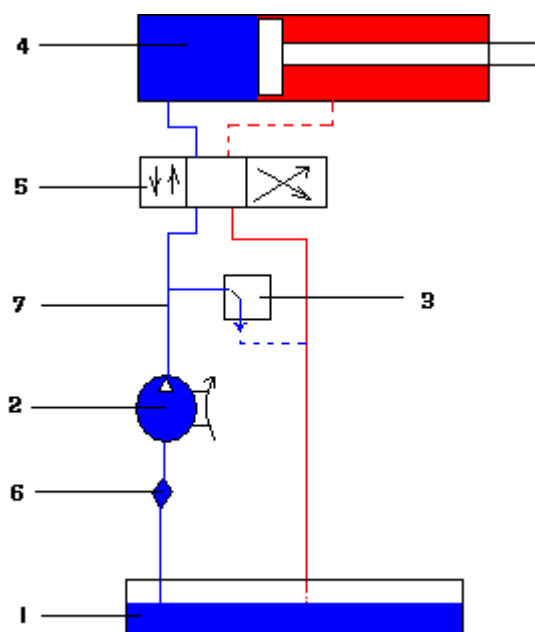
Je to obvod, ve kterém se vrací hlavní část kapaliny po předání energie do vstupního kanálu hydrogenerátoru a ztráty způsobené průtokem v obvodu jsou kryty pomocným hydrogenerátorem.

V otevřeném obvodu nelze měnit smysl zatížení, tzn., že nelze brzdit při záměně funkce hydrogenerátoru a hydromotoru. Otáčky hydrogenerátoru jsou v horní hranici omezeny sací schopností a kavitačními jevy v sání hydrogenerátoru.

Uzavřený obvod nemá nevýhody otevřeného obvodu, tedy může se jím intenzivně brzdit až do výkonu hnacího motoru hydrogenerátorů a také otáčky hydrogenerátorů

mohou být mnohem vyšší, protože v sání je tlak vždy vyšší než 0,1 MPa. Uzavřený systém přináší však nevýhodu ve zhoršeném tepelném režimu, většinou je zapotřebí chlazení kapaliny. Při nečinnosti hydraulického mechanismu, kdy kapalina chladne, se její objem zmenšuje a vznikajícím podtlakem se netěsnostmi přisává vzduch, jenž v obvodu vytváří vzduchové polštáře, které značně ovlivňují stejnosměrnost pohybu.

Převodový mechanismus může být tvořen *sériovým* nebo *paralelním* řazením různých typů mechanismů – tuhých, hydraulických, hydromechanických, elektrických a pneumatických v různé posloupnosti a s větvením toku energie. Smyslem uspořádání hydrostatického převodového mechanismu i jeho kombinací s jinými mechanismy je snaha optimalizovat přenos energie s cílem dosáhnout maximální účinnosti přenosu energie, zlepšení dynamických vlastností, rozšíření regulačního rozsahu výstupních parametrů a vhodnějších hmotností, rozměrů, atd. [1]



Obr. 1.1 Jednoduchý hydraulický obvod [2]

- | | | | | |
|-----------|--------------------|---------------------|----------------|--------------|
| 1 – nádrž | 2 – hydrogenerátor | 3 – pojistný ventil | 4 – hydromotor | 5 – rozvaděč |
| 6 – filtr | 7 - potrubí | | | |

2 Základní vlastnosti kapalin

Pracovním médiem hydraulických strojů je kapalina, která je nositelkou hydraulické energie. Může sloužit i k mazání různých pohyblivých částí stroje. Vedle vlastností jako je např. čistota, výbušnost a agresivnost kapaliny jsou pro řešení, konstrukční provedení a provoz hydraulických strojů významné základní fyzikální vlastnosti kapaliny, které mají vliv na parametry a vlastnosti strojů.

Kapaliny, plyny a páry jsou označovány jednotně pojmem tekutina. Proudění stlačitelných tekutin je oproti nestlačitelným tekutinám vždy provázeno termodynamickými změnami proudící látky, ty souvisí s přeměnami mechanické a také tepelné energie. Nevazká a nestlačitelná tekutina je kapalinou ideální, za reálnou kapalinu je v praxi hydraulických strojů považována vazká a téměř nestlačitelná tekutina.

Za předpokladu, že kapalině není přiváděno ani odváděno teplo, se u kapalin při změně tlaku o hodnotu $\pm \Delta p$ prakticky nemění vnitřní energie, takže teplota kapaliny se téměř nemění ($\Delta t = 0$).

Důsledkem této vlastnosti je především dosahování vyšší účinnosti strojů hydraulických oproti pneumatickým, jejichž pracovním médiem jsou tekutiny stlačitelné.

2.1 Hustota

Resp. měrná hmotnost kapaliny závisí na stavových veličinách, tj. tlaku a teplotě. S tlakem se hustota mění velmi málo, díky relativně malé stlačitelnosti kapalin. S měnící se teplotou kapaliny se mění i její objem. Se vzrůstající teplotou objem kapaliny stoupá (s výjimkou vody) a její měrná hmotnost bude klesat.

Závislost hustoty ρ na teplotě t je v určitém, omezeném, teplotním intervalu prakticky lineární, pro různé kapaliny se však značně liší. U minerálních olejů používaných k přenosu energie u hydraulických strojů je součinitel teplotní objemové roztažnosti přibližně mezi teplotami 50 °C - 100 °C prakticky konstantní $\alpha = 7 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$. Při ohřátí oleje o 50 K se změní původní objem oleje o 3,5 %, při ohřátí o 100 K zhruba o 7 %.

2.2 Stlačitelnost kapaliny

Je závislá na stavových veličinách, tedy na tlaku a teplotě. Podstatný vliv na stlačitelnost má plyn (vzduch), který kapalina obsahuje ve formě bublinek. Vztah mezi objemovými a tlakovými změnami v tekutině udává $p - V$ diagram.

Objemová stlačitelnost je vyjádřena součinitelem β - součinitelem objemové stlačitelnosti. U téměř nestlačitelných kapalin, je závislost změny tlaku na změně objemu přibližně lineární a jedná se o izotermickou změnu. Součinitel objemové stlačitelnosti β je definován jako podíl relativního úbytku objemu kapaliny při vzrůstu tlaku, které příslušné zmenšení objemu způsobuje, přičemž znaménko minus má význam označení úbytku.

V hydraulických mechanismech se k přenosu hydraulické energie používají hydraulické oleje. Stlačitelnost s rostoucím tlakem klesá výrazněji u olejů než u vody.

S rostoucí teplotou roste i stlačitelnost oleje. Závislost stlačitelnosti na tlaku i na teplotě je nelineární. Obsahuje-li olej vzduch, musí se brát pracovní médium jako dvoufázová směs oleje a vzduchu.

S rostoucím obsahem vzduchu v oleji, klesá modul pružnosti dvoufázové směsi a zároveň obsah vzduchu se výrazněji projevuje v oblasti nižších tlaků. Např. 1 % vzduchu v oleji vede při tlaku 2 MPa k snížení modulu pružnosti oleje neobsahujícího vzduch o 90 %, při tlaku 20 MPa je snížení modulu pružnosti o 50 % a u tlaku 100 MPa se sníží jen asi o 15 %. Při přenosu energie kapalinami při nižších tlacích (obzvláště pod 5 MPa), v oblasti regulační a řídicí techniky, se obsah plynu v kapalině projevuje výrazně negativně. Nízkotlaké hydraulické mechanismy se musí důkladně odvzdušňovat, protože přítomnost vzduchu v oleji by mohla vést ke ztrátě tuhosti vazby a nesprávné činnosti mechanismu.

Nízká hodnota součinitele objemové stlačitelnosti kapalin, resp. vysoká hodnota modulu objemové pružnosti kapaliny, je mnohdy jedna z hlavních příčin důsledků hydraulického rázu.

2.3 Viskozita

Viskozita je schopnost kapaliny přenášet tečné napětí a je určena její molekulární strukturou. Projevuje se odporem kapaliny proti posouvání sousedních vrstev kapaliny, které mají různé rychlosti. Tečné napětí, které působí k vyrovnaní proměnlivé rychlosti v kapalině, závisí na přírůstku rychlosti dc mezi dvěma vrstvami kapaliny, vzdálenými od sebe o dy ve směru kolmém k proudu.

U homogenních kapalin platí mezi tečným napětím τ a gradientem rychlosti dc/dy Newtonův zákon vnitřního tření v kapalině:

$$\tau = \mu \frac{dc}{dy} \quad [\text{Pa}] \quad (2.1)$$

Součinitel úměrnosti μ (Pa.s) mezi tečným napětím a rychlostním gradientem v tomto vztahu (2.1) se nazývá dynamickou viskozitou (dynamickou vazkostí). Kinematická viskozita (kinematická vazkost) je podíl dynamické viskozity a hustoty kapaliny (2.2):

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad [\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}] \quad (2.2)$$

Jestliže součinitel μ nezávisí na gradientu rychlosti, jedná se o kapalinu newtonskou (je to např. voda, olej, deriváty nafty, kyseliny, louhy apod.). pro kterou platí rovnice (2.1). Je-li dynamická viskozita proměnná tedy závislá na gradientu rychlosti, jde o kapaliny označované jako nenewtonské (gely, hydrosměsi, krev atd.)

Viskozita se projevuje hlavně u pevných stěn obtékaných kapalinou, zde je gradient rychlosti největší. Viskozita kapalin se mění s teplotou a tlakem. S rostoucí teplotou klesá, s rostoucím tlakem naopak roste. Při nízkých teplotách je rozběh stroje energeticky náročnější, při vyšších teplotách nastávají možné průsaky média, také může dojít ke ztrátě mazací schopnosti. V praxi se sníží závislost viskozity oleje na teplotě vhodnými přísadami (aditivy).

Při proudění kapaliny potrubím a průtočnými prostory hydraulických okruhů je viskozita pracovních kapalin příčinou hydraulických ztrát. Viskozita ovlivňuje účinnost stroje více u hydrodynamických strojů kvůli vysoké rychlosti proudění, než u strojů hydrostatických.

2.4 Tepelná kapacita kapalin

Je to schopnost kapaliny přijímat nebo vydávat teplo při změně její teploty. Tuto schopnost reprezentuje tzv. měrná tepelná kapacita c ($\text{J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$), což je množství tepla, které přijme nebo odevzdá jednotka hmotnosti (1 Kg) látky k jejímu ohřátí nebo ochlazení o 1 K. Pro hydraulické stroje je hodnota c významná v případech, kdy ve stroji dochází ke zvýšení teploty kapaliny v důsledku tzv. disipace energie (mechanických a hydraulických ztrát). K největším nárůstům teploty dochází při provozních stavech, kdy hydraulický stroj pracuje jako hydraulická brzda.

2.5 Povrchové napětí kapalin

Povrchové napětí kapalin způsobuje vzájemné působení přitažlivých sil molekul kapaliny. Kapaliny se chovají, jak kdyby na fázovém rozhraní byl povrch kapaliny pokryt tenkou pružnou vrstvou, složenou z jedné vrstvy molekul kapaliny, snažící se zmenšit povrch kapaliny, aby měl co nejmenší plošný obsah. Bez působení vnějších sil by kapaliny zaujala kulový tvar. Povrchové napětí najde uplatnění při tvoření kapek při výtoku kapalin, stříkání barev, při kapilárním proudění, tvorbě kapek u emulzí s vodou, smáčivosti kapaliny nebo při proudění volných paprsků vody u některých typů turbín. Při vzniku a zániku bublin plynů a par v kapalině při kavitaci je významný vliv povrchového napětí.

2.6 Pěnění olejů

Jedná se o velmi nežádoucí jev s nepříznivými důsledky projevující se zmenšením pevnosti mazací vrstvy, přispívá ke stárnutí oleje, poklesu viskozity, hustoty a tepelné vodivosti, ubírá výkonu olejového čerpadla a tím i množství oleje čerpaného do systému, zvětšením ztrát oleje apod. Zkouška pěnivosti oleje se provádí tak, že se vrstva oleje provzdušňuje proudem vzduchu. Po stanoveném časovém úseku se proud vzduchu zastaví a změří se objem vzniklé pěny v mililitrech. Zkouška dále pokračuje bez provzdušňování zjištěním stability pěny, která se vyjadřuje jako množství pěny v ml zbývající po určité době (obvykle po 10 minutách), od zastavení provzdušňování. Stabilita pěny má být nulová, tj. po 10 minutách stání má veškerá pěna zmizet. Zkouška se provádí 3x při zkoušce daných teplotách a podmínkách.

2.7 Kavitate

Je to složitý fyzikální jev, probíhající za určitých podmínek pouze v kapalinách. Je to vlastně proces vzniku bublin (dutin) v kapalině a jejich rychlý zánik (imploze). Zánik dutiny, kdy je zaplňován prostor dutiny při vysokých rychlostech, je doprovázen místními změnami tlaku. Dutin se vyskytují nejčastěji kvůli místnímu snížení tlaku pod tlak nasycených par kapaliny při určité teplotě. Přiblíží-li se tlak kapaliny v některém místě tlaku nasycených par, dochází ke vzniku dutin vyplněných parami kapaliny a vzduchem.

Kavitate může vznikat v klidné (akustická kavitate) i v proudící kapalině (hydrodynamická kavitate). Akustická kavitate v kapalině se vyvolává vysokofrekvenční tlakovou vlnou velké amplitudy neboli kmitáním pevného tělesa v kapalině nebo může vznikat také kmitáním povrchů stěn, které vybudí tlakové vlny (tzv. vibrační kavitate). [3]

3 Klasifikace hydraulických olejů

3.1 Minerální oleje

Pro hydraulické mechanismy se nejčastěji používají jako pracovní kapalina minerální oleje. Ty se získávají z ropy a to rafinací, destilací a dalšími postupy do získání požadovaných vlastností. Podle vlastností a druhu přísad se minerální oleje rozdělují do tříd viz. tab.1.

Tab. 1 Klasifikace minerálních olejů [4]

Minerální oleje – klasifikace dle ISO 6743/4 a dle DIN 51 524			
ISO	DIN	Charakteristika oleje	Oblast využití oleje
HH	H	Neaditivovaný ropný olej, který není normován	Pro starší hydraulické systémy
HL	HL	Odolný vůči korozi a oxidaci	Tam, kde je požadavek na dobrou separaci vody
HM	HLP	Třída HL s aditivem snižujícím opotřebení	Pro hydraulické systémy se silným zatíženými součástmi (od -20 do + 90 °C)
HR	-	Stejně jako typ HL s aditivem pro zlepšení viskozitně - teplotních vlastností	Velký rozsah pracovní teploty oleje -35 - +120 °C)
HV	HVLP	Stejně jako typ HM s aditivem pro zlepšení viskozitně - teplotních vlastností	Pro pohony ve stavebních nebo mobilních zařízeních – teplotní rozsah stejný jako u HR
HS	-	Syntetické kapaliny bez zvláštní odolnosti proti hoření	Uplatnění v hydrostatických pohonech
HG	-	Stejně jako typ HM s aditivem proti "stick-slip" jevu	Pro systém kombinovaného hydraulického systému s mazaním kluzných vedení.
-	HLPD	Stejně jako typ HM s DD přísadou (detergenty + disperzanty)	Pro systémy s vysokým tepelným zatížením

Mezi speciální (nestandardní) oleje patří např. bezpopelnaté oleje, ty neobsahují zinek a další prvky. Přísady obsahující zinek jsou nahrazeny jinými. Mezi další speciální oleje patří oleje s detergenty, ty mají za úkol čistit usazeniny v systému, brání usazování kalů, chrání proti korozi vázáním vody. Dále zde patří olej označovaný jako HLP-SH, jehož základ jsou polyalfaolefiny, mají vysokou oxidační stabilitu, velice

nízký bod tuhnutí, dokonalou protioděrovou odolnost a vynikající odlučitelnost vzduchu. [5]

3.2 Oleje se sníženou hořlavostí

Tyto kapaliny se používají v zařízeních, které pracují v prostředí s vysokou teplotou a nebo tam, kde je nebezpečí požáru či výbuchu. Využití najdou v těchto oblastech:

- hornictví
- strojní zařízení pro tlakové liti
- hydraulické kovací lis v provozu s vysokými teplotami
- regulační zařízení na parních a plynových turbínách
- technologické zařízení pro chemický průmysl
- zařízení pro hutě a válcovny

Oleje se sníženou hořlavostí se dělí do těchto 4 skupin viz. tab. 2

Tab. 2 Rozdělení hydraulických olejů se sníženou hořlavostí do kvalitativních tříd [4]

Oleje se sníženou hořlavostí dle ISO 6743/4 a DIN 51502			
ISO	DIN	Charakteristika	Použití
HFA E	HFA E	Emulze typu olej-ve-vodě s podílem vody > 80 %	Pohony s tlaky cca 300 bar používané v dolech
HFA S	HFA S	Syntetické vodné roztoky bez ropného oleje s podílem vody > 80 %	Hydrostatické pohony s tlaky cca 160 bar (+5 až +55 °C)
HFB	HFB	Emulze typu voda-v-oleji s podílem oleje asi 60 %	Například britský důlní průmysl, ale neschváleny v SRN (+5 až +60 °C)
HFC	HFC	Vodné roztoky polymerů s podílem vody > 35 %	Hydrostatické pohony v průmyslu a v dolech (-20 až +60 °C)
HFD R	HFD R	Bezvodé syntetické kapaliny na bázi fosforečných esterů	Mazání a regulace turbín apod. (-20 až +150 °C)
HFDS	HFDS	Syntetické kapaliny na bázi chlorovaných uhlovodíků, bez vody	Hydrauliky s požadavkem vysoké odolnosti kapaliny proti hoření
HFD T	HFD T	Směs syntetických kapalin HFDR a HFDS	Hydrauliky s požadavkem vysoké odolnosti kapaliny proti hoření
HFD U	HFD U	Bezvodé syntetické kapaliny na jiné bázi (například diestery)	Hydrostatické pohony, průmyslové hydrauliky (-35 až +90 °C)

Oleje se sníženou hořlavostí se nesmí jeden s druhým mísit, ani stejné skupiny od různých výrobců. Oleje se sníženou hořlavostí jsou často chybně označovány jako nehořlavé. Vyznačují se tím, že trvá delší dobu, než dojde k jejich vznícení na rozdíl od jiných olejů.

[19]

3.3 Metody vhodné pro analýzu hydraulických olejů

3.3.1 Viskozita při 40°C

Viskozita je obecně rozhodujícím faktorem vlastností maziva v oblasti hydrodynamického tření, je tedy hlavním zkušebním údajem olejů a orientačním bodem pro jejich třídění a výběr. Viskozita se mění a to buď zvyšování je způsobeno např. obsahem oxidačních produktů v oleji, produkty částečné oxidace, vytvářením emulze s vodou. Snižování viskozity zapříčiňuje pronikání vody nebo paliva do oleje, tepelná a mechanická degradace oleje atd.

Měření viskozity se provádí viskozimetry podle ČSN, jsou to např. (Pinkevič, Kossler, ale nejčastěji používaný je viskozimetr typu Ubbelhode. Podrobněji je měření viskozity popsáno v kapitole 5.3.

3.3.2 Stanovení obsahu vody

Obsah vody v oleji se vždy zjišťuje ve dvou etapách. V první fázi se zjišťuje přítomnost vody kvalitativně, tj. např. zahřátí vzorku oleje na žhavou podložku. Přítomnost vody zjistíme podle praskavého zvuku. Po zjištění obsahu vody se přistupuje ke kvantitativní metodě.

Přítomnost vody v oleji je nežádoucí, její přítomnost v oleji má za následek:

- korozivně působí na části hydraulického systému
- dochází k vypadávání aditivů z maziva
- olej s vodou tvoří emulzi a kaly
- zvýšení viskozity
- pění oleje
- oxidační stabilita oleje se snižuje

Povolená hodnota obsahu vody v oleji je max. 0,2% hmotnostního obsahu vody.

Metody pro zjištění obsahu vody

Kvalitativní metody

- Vizuální zkouška – princip spočívá v jednoduchém vizuálním posouzení vzorku. Pokud se vzorek po protřepání zakalí, je koncentrace vody v oleji větší než 0,025%, pokud je vzorek čirý, voda v oleji není obsažena. Jedná se pouze o orientační zkoušku a záleží na zkušenosti technika.
- Prskací zkouška – z dobře promíchaného vzorku se odeberou asi 3 kapky a kápnou se na přehřátou plochu cca. 180 °C. V případě nepřítomnosti vody ve vzorku, se olej dostává do šířky a nevznikají žádné bublinky. Spodní hranice zjištěnitelnosti vody v oleji je 0,02 % vody.

Kvantitativní metody

- Coulometrická metoda – přesná metoda založená na průchodu proudu do titrační nádoby, kde se uvolní J_2 jod, ten reaguje s vodou. Mol jodu reaguje s molem vody, tedy 1 mg vody se vyrovná náboji 10,7 A.s. Je indikováno množství nadbytečného jodu po zkoušce v nádobě.
- Destilační zkouška – není tak přesná jako coulometrická metoda, provádí se destilace např. s xylenem. [6]

3.3.3 Číslo kyselosti ČSN ISO 6618

V ropě, která je výchozí surovinou pro výrobu většiny olejů, jsou obsaženy naftenové kyseliny a v menší míře i mastné kyseliny a fenoly. Stárnutím (degradací) oleje a jeho oxidací během provozu v něm vznikají vyšší i nižší organické kyseliny a jejich deriváty. Volné organické kyseliny jsou za všech podmínek korozivním činitelem a jejich přítomnost ve všech ropných produktech je škodlivá. Obsah kyselin v oleji se většinou stanovuje titrací. K titraci se používá 5 až 20 g oleje rozpustného v lihobenzínové směsi v poměru 1:2, s indikátorem. Smíchaný vzorek se titruje roztokem KOH. Bod ekvivalence je určený barevným přechodem indikátoru z modrého do červeného zbarvení. Výsledkem zkoušky je číslo kyselosti, vyjádřené v miligramech hydroxidu draselného, potřebného pro neutralizaci přítomných kyselin v jednom gramu oleje. Z hlediska přípustných hodnot čísla kyselosti se udává, že maximální hodnota čísla kyselosti u olejů je 1,5 mg KOH/g. [7]

3.3.4 Kód čistoty - ČSN ISO 4406/87

Tento kód definuje množství pevných částic a nečistot v hydraulických systémech. Tato norma může stanovit kód čistoty i u jiných druhů kapalin. Kód čistoty se skládá ze dvou čísel a podle nich lze určit velikost částic nečistot a jejich distribuci, odpovídající stupni znečištění. První řada čísel určuje počet částic, které jsou rovna nebo větší než 5 μm v 1 ml vzorku. Druhá řada čísel vypovídá o počtu částic, které jsou rovna nebo větší než 15 μm v 1 ml vzorku. Kódová čísla jsou převedeny pomocí tabulky na množství částic větších než 5 μm a 15 μm v 1 ml vzorku. Např. kód čistoty 18/13 M dle ČSN ISO 4406/87, číslo 18 znamená, že v 1ml oleje je 1300 až 2500 částic větších než 5 μm a kódové číslo 13 znamená, že v 1 ml vzorku je 10 až 80 částic větších než 15 μm . Písmeno M za kódem znamená, že počet částic byl stanoven mikroskopicky. [6]

Tab. 3 Vyjádření čistoty kapalin pomocí kódu [8]

počet částic v 1 ml vzorku		kódové číslo
více než	do max.	
80 000	160 000	24
40 000	80 000	23
20 000	40 000	22
10 000	20 000	21
5 000	10 000	20
2 500	5 000	19
1 300	2 500	18
640	1 300	17
320	640	16
160	320	15
80	160	14
40	80	13
20	40	12
10	20	11
5	10	10
2,5	5	9
1,3	2,5	8
0,64	1,3	7
0,32	0,64	6
0,16	0,32	5
0,08	0,16	4
0,04	0,08	3
0,02	0,04	2
0,01	0,02	1
0,005	0,01	0
0,0025	0,005	0,9

3.4 Vliv nečistot v oleji na životnost hydraulických systémů

Aplikace tribotechnických zásad je nepostradatelným předpokladem pro zajištění provozní spolehlivosti a provozuschopnosti mechanismů. Správnou aplikací těchto zásad zmenšujeme riziko prostojů strojů z důvodu poruchy, snižuje se množství maziva potřebného pro chod stroje, snižují se náklady na údržbu a potřebné množství energie.

Při práci strojů dochází k uvolňování částic kovů ze systému do maziva. Pro zjištění otěrového kovu v mazivu a to jak z kvalitativního tak i kvantitativního pohledu, zavádíme tribotechnickou diagnostiku. Se vzrůstajícím opotřebením se množství, tvar a velikost otěrového kovu mění. [22]

3.4.1 Druhy nečistot v oleji

- **Nečistoty z hydraulického obvodu**

Jsou to kovové součásti vytvořené oděrem součástí s malou vůlí (šoupátka řídicích prvků, z hydrogenerátoru, hydromotoru), mohou to být taky kousky pryžových těsnících prvků atd.

- **Vzdušné nečistoty**

Nečistoty pronikají do systému tzv. dýcháním nádrže. S měnícím se tlakem a teploty oleje kolísá hladina oleje v nádrži a tím dojde k nasávání vzduchu z okolí, množství nasátých nečistot lze eliminovat montováním kvalitních filtrů.

- **Stárnutí oleje (polymery)**

Pryskyřičná hmota je oxidačním produktem olejů. Vytvořená hmota je velmi lepkavá a váže na sebe kovové částičky, s nimiž vytvoří brusnou pastu a tím dojde ke zvyšování tření na kluzných plochách. Tato hmota je produkována oxidací a polymerizací olejů a v oleji je téměř nerozpustná.

- **Nečistoty vzniklé během údržby**

Při každém zásahu do hydraulického obvodu, při němž dojde k otevření okruhu (výměna hadic, potrubí, filtrů atd.) dochází k tomu, že nečistoty proniknou do okruhu. Proto je potřeba při každém takovém zásahu provést co nejrychlejší filtraci.

- **Nečistoty vnikající do systému při dolévání oleje**

Nedokonalým očištěním kolem zátky při dolévání oleje, mohou vnikat nečistoty do systému. Mohou to být taky nečistoty z dolévací nádoby, je proto nutné, aby

se olej doléval přenosným plnicím a filtračním agregátem, který obsahuje filtr o požadované filtrační schopnosti (minimálně 3 μm). Nový olej je totiž dodáván v čistotě třídy 6 až 7 dle NAS 1638 a v hydraulickém systému je požadována čistota 5 až 6 dle NAS 1638, z toho tedy vyplývá, že doplněním nového oleje do systému je olej znečištěn. Musí se tedy pro doplnění používat filtrační agregát.

- **Voda v oleji**

Voda se do oleje dostává buď netěsnostmi v systému, nebo kondenzací vodních par v důsledku změn teplot okolí a oleje. Disperze vody s olejem urychluje stárnutí oleje, napomáhá tvorbě koroze, zmenšuje mazací účinek oleje a dochází k pění oleje.

3.5 Filtrace hydraulických olejů

Hydraulické oleje slouží v tekutinových systémech k přenosu energie, mažou komponenty hydraulických systémů, odvádí teplo a chrání vnitřní části před atmosférickou korozi.

U hydraulických olejů je potřeba odstraňovat znečištění olejů filtrací, protože je zde kladen požadavek na vysokou čistotu. Do olejů pronikají neustále nečistoty a vlhkost a to buď z vnějšího okolí, nebo z komponentů hydraulického okruhu. Nejčastěji musí být oleje měněny kvůli mechanickým nečistotám. Degradace olejů a vznik polymerů je závislý na provozní teplotě, na obsahu kyslíku, provozním tlaku, druhu katalyticky působících látek. To mohou být různé kovy např. Cu a Cu slitiny (mosaz, bronz) Fe, Ni, Al, Co a Mn, dále také prach, spalovací produkty, voda, kyseliny, atd.

Částice se oběhem oleje rozemílají na stále menší částčky. Větších než 5 μm je většinou 15 – 20 % částic a až 85 % bývají částice menší než 5 μm . Účinná filtrace prodlužuje životnost hydraulických prvků a zpomaluje stárnutí oleje.



Obr. 3.1 Hydraulický sací filtr [9]

3.5.1 Druhy filtrace olejů

Při filtraci olejů rozeznáváme 2 filtrační metody a to Off – line, kde je olejový systém filtrován mobilní filtrační jednotkou a On – line, kde je filtr trvale a pevně nainstalován v systému.

Mechanické filtry

Jsou to nejběžnější filtry díky své jednoduchosti a cenové dostupnosti. Olej protékající filtrační vložkou je filtrován dle velikosti pórů filtrační hmoty.

Odstředivá filtrace

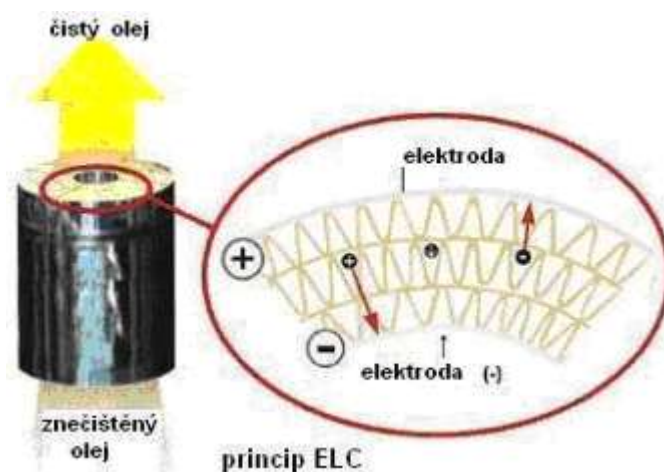
Voda a nečistoty se z olejů dostávají pomocí odstředivky na základě rozdílných hustot látek, za vysokých obvodových rychlostí. Jsou to ovšem velice drahá zařízení. Tato metoda má i dost nevýhod např. nepříliš vysoká účinnost, oleje se touto filtrací velmi zavzdušní a ohřívá se a z oleje je odstraněna pouze volná voda.

Elektrostatická filtrace

Mechanické nečistoty v olejích lze odstraňovat pomocí elektrostatické síly v elektrostatickém poli. V 10-13 kV poli stejnosměrného proudu se mezi elektrodami

vytváří elektrostatická síla, ta přitahuje částice s opačným nábojem k elektrodám, ty jsou odděleny papírovým kolektorem, na němž se zachytávají nečistoty.

Při dlouhodobé aplikaci této metody se dosahuje vysoké čistoty oleje, odstraňuje z oleje veškeré částice. Tímto způsobem ovšem nelze čistit maziva o vysoké viskozitě a maziva s obsahem vody přesahující 0,05 %.



Obr 3.2 Elektrostatická filtrace [10]

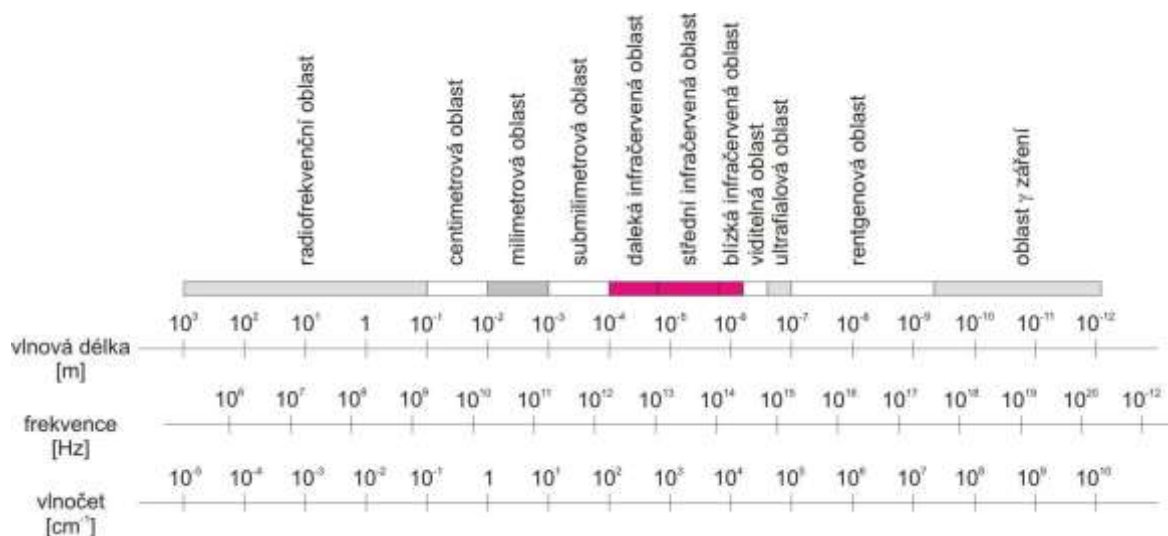
Elektronická filtrace

Tato technologie odstraňuje širokou škálu velikosti částic, které dokáže filtrovat. ISOPur technologie je řízený přívod el. proudu, ten v oleji vytváří kladně i záporně nabitě částice a tyto částice se pak navzájem přitahují a tím vytváří větší částice, které se odstraňují snáze. Tato metoda odstraňuje veškeré nečistoty, usazeniny, kaly, produkty oxidace, polymery atd. Obsah vody by neměl přesáhnout 2% obsahu, jinak filtraci zpomaluje. [11]

4 Teoretické základy o infračervené spektrometrii

Infračervená spektroskopie patří do skupiny nedestruktivních analytických metod, kdy zkoumaný vzorek není analýzou poškozen, a přesto poskytne informaci o svém složení. Získané hodnoty vibračních energií souvisí s pevností chemických vazeb a také s molekulovou geometrií a hmotnostmi jader, lze tedy říci s molekulovou strukturou. Tyto faktory předurčují infračervenou spektroskopii jako vynikající experimentální techniku, která vedle kvantitativní a kvalitativní analýzy hraje důležitou roli při výzkumu molekulové dynamiky, chemických vlastností molekul, vlivu prostředí na zkoumané molekuly a mnoho dalších oblastí. Infračervená spektroskopie je využívána při analýze makroskopických vzorků, její podstatou je ale interakce mikročástic (molekul) tvořících tyto makroskopické vzorky s infračerveným zářením. Pro objektivní teoretický rozbor infračervené spektroskopie je tedy nutné použít pouze kvantově - mechanický přístup. Přesto je velmi často využíváno, pro přiblížení některých abstraktních názvů v kvantové mechanice, používání názorných představ a modelů klasické fyziky.

Podstatou infračervené spektroskopie je interakce infračerveného záření se zkoumanou hmotou, kdy v případě pohlcení fotonu testovanou hmotou mluvíme o absorpční infračervené spektroskopii a u vyzařujícího fotonu o emisní infračervené spektroskopii. Pojem infračervené záření je elektromagnetické záření v rozsahu vlnočtů (nejběžnější jednotkou je vlnočet, ten je závislý na vlnové délce viz. vztah $\nu = 1/\lambda$ (4.1) a na frekvenci $\nu = \nu / c$) (4.2). Nelze úplně přesně určit hranice pro infračervené záření v elektromagnetickém spektru. Infračervenou spektroskopii dělíme podle vlnových délek záření na dalekou FIR, střední MIR a blízkou NIR. Pro identifikaci látek a určování chemické struktury látek má největší využití střední infračervená oblast (4000-200 cm^{-1}).



Obr. 4.1 Elektromagnetické záření [12]

Energie fotonů infračerveného záření, která je v rozmezí 1-60 kJ/mol, nestačí pro excitaci elektronů v molekulových orbitalech, ale je dost velká pro změnu vibračního stavu nebo rotačního stavu molekuly (pro zrychlení molekulových rotací). Z atomů jsou tvořeny molekuly, ty nejsou propojeny rigidními vazbami, přesto tyto vazby mají určitou pružnost, je zde tedy systém atomů, které mohou různě vibrovat. Vibrační pohyb si z pohledu klasické fyziky můžeme představit jako periodickou změnu vzdálenosti mezi jádry atomů. Obecně má n atomová molekula $3n$ stupňů volnosti - tři jsou určeny pro translační pohyb těžiště molekuly ve směru os x , y a z , další tři jsou určeny pro popis jejího rotačního pohybu (popř. dva, jestliže lineární molekuly, kde dva rotační momenty ve směru os x , y , z jsou totožné). Číslo $3n-6$ ($3n-5$ v případě lineární molekuly) tedy zbývá na tzv. vibrační stupně volnosti nebo-li vibrační pohyby molekul. U dvouatomové molekuly je zde jediný vibrační stupeň volnosti připadající na natahování vazby mezi oběma atomy.

V případě polyatomových molekul je vibrační souřadnice lineární kombinací výchylek jednotlivých atomů, ze kterých se zkoumaná molekula skládá. Pomocí těchto vibračních souřadnic lze snadno vyjadřovat energii spojenou s vibračním pohybem. Z pohledu fyziky existují dva rozdílné energetické příspěvky k celkové vibrační energii molekuly, kinetická energie spojená s pohybem atomů a potenciální energie spojená se stlačováním a natahováním vazby. Molekula vykonává vibrační pohyb, tím je energie přenášena mezi kinetickou a potenciální formou. Potenciální energie se tedy mění v závislosti na velikosti vibrační souřadnice q a grafickým vyjádřením této závislosti je křivka potenciální energie.

4.1 Vliv nastavení parametrů spektrometru na tvar pásu

Pro určení polohy maxima absorpčního pásu je třeba uvážit rozlišení přístroje. Spektrální rozlišení určující schopnost spektrometru rozlišit sousední spektrální pásy, to nesmí být zaměňováno s tzv. „data spacing“, který představuje vlnočtový krok, tedy „vzdálenost“ odečítání jednotlivých bodů spektra. Velikost vlnočtového kroku je vždy menší nebo rovna polovině hodnoty rozlišení a na rozdíl od rozlišení je závislá na nastavených parametrech Fourierovy transformace.

Při nastaveném nízkém rozlišení může dojít ke zkreslení tvaru maxima absorpčního pásu a k odečtení nesprávné hodnoty. Tímto pak vzniká odchylka mezi skutečnou hodnotou a hodnotou odečtenou. Lze na jednoduchých přístrojích ovlivňovat podobu výsledného spektra nastavením spektrálního rozsahu, rozlišení, počtu scanů, i rychlosti pohybu zrcadla (u přístrojů s interferometrem). Volba těchto parametrů závisí zejména na **skupenství studovaného vzorku** (např. pro vzorky v pevné a kapalně fázi postačuje rozlišení 4 cm^{-1} či 2 cm^{-1} , pro plynné skupenství je vhodnější rozlišení lepší než 1 cm^{-1}). Spektrální rozsah spektrometru je určen podle optických materiálů použitých pro kyvetová okénka (NaCl, KBr) či ATR krystal (ZnSe) a jeho citlivost výběrem detektorů.

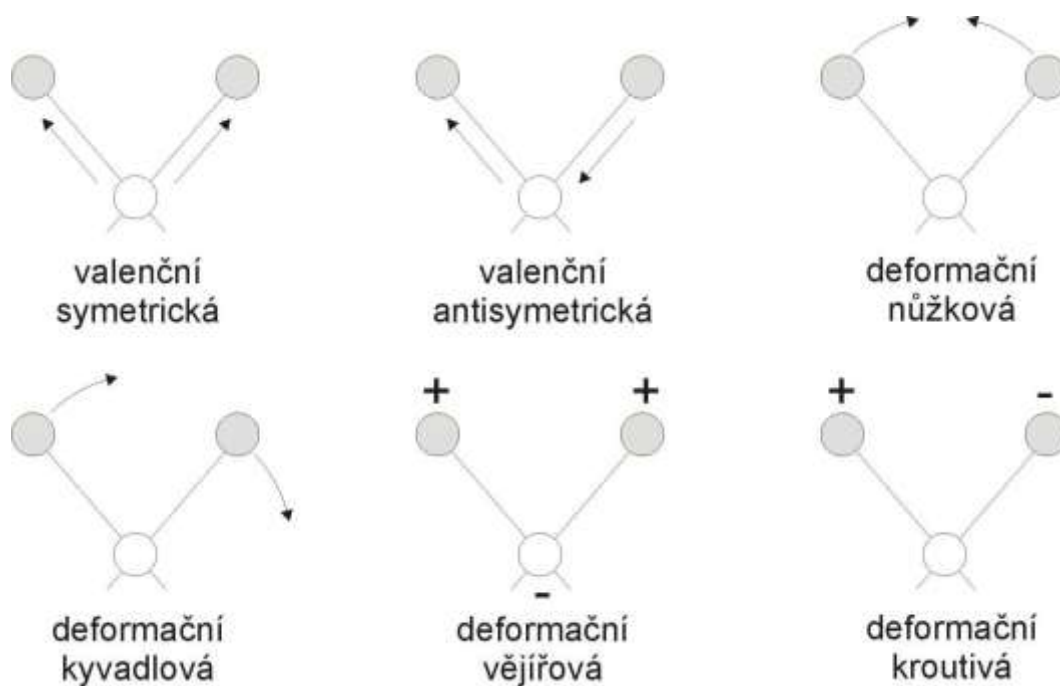
4.2 Vliv experimentálních podmínek na tvar pásu

Většina organických i anorganických látek vykazuje v oblasti IČ spektra intenzivní absorpci. Podle Lambertova - Beerova zákona je **absorbance** přímo úměrná **koncentraci** aktivní látky ve vzorku a **tloušťce** měřené vrstvy vzorku. Lze předejít zkreslení tvaru pásu, obzvláště vrcholu pásu, které může nastávat při saturaci, tím že se musí měřit velmi tenké vrstvy látek (řádově $0,1 - 0,005\text{ mm}$) nebo vzorek rozpustit či naředit vhodným rozpouštědlem. Organická rozpouštědla používaná v IČ oblasti musí být propustná v co nejširším rozsahu spektra tak, aby jejich vlastní absorpce pokud možno nepřekrývala spektrální rysy zkoumaného analytu a nezkreslovala spektrum. Těmto zásadám vyhovuje pouze několik organických rozpouštědel, např. chlorid uhličitý, sirouhlík, chloroform. Avšak tyto látky mají také vlastní absorpci, i když jen v relativně úzce vymezených oblastech. Spektrálně nejvýhodnější je chlorid uhličitý, který nelze použít pro sledování pásů daného prvku pouze v jedné oblasti ($820-700\text{ cm}^{-1}$), kdežto např. CHCl_3 se projevuje vlastními absorpčními pásy ve 3 oblastech ($3050-2990\text{ cm}^{-1}$, $1260-1180\text{ cm}^{-1}$ a $830-650\text{ cm}^{-1}$). Pro dosažení úplného spektra se musí někdy kombinovat měření v různých rozpouštědlech. Látky, které nejsou rozpustné v organických rozpouštědlech lze měřit

například metodou suspenze v parafinovém oleji, nebo metodou KBr tablety či technikou difúzní reflexe.

4.3 Typy vibrací

Vibrace můžeme popsat jako vibrující jádra kolem rovnovážných poloh, lze vibrace popsat i jako změny úhlů nebo délek vazeb. Při výrazné změně délky vazeb, hovoříme o vibraci valenční. Ta se dále rozděluje na symetrickou a antisymetrickou. S měnícím se úhlem se dále dělí na vibrace deformační, ty lze rozdělit na rovinné a mimorovinné (vibruje-li atom mimo rovinu vedlejších atomů). Pojmenování jednotlivých druhů deformačních vibrací bylo zvoleno podle způsobu prováděného vibračního pohybu. Rovinné deformační vibrace mohou být – nůžkové, kyvadlové a mimorovinné deformační vibrace – vějířové, kroutivé. Obr. 4.2.



Obr. 4.2 Typy vibrací [12]

4.4 Metody infračervené spektrometrie

4.4.1 Transmisní techniky

IČ spektra látek můžeme měřit v plynném, kapalném nebo v pevném stavu. Pro měření jsou využívány většinou kyvety, zhotovené k tomuto účelu vhodného optického materiálu, ten musí propouštět infračervené záření. To jsou např. NaCl nebo KBr, ty jsou propustné v dosti široké oblasti IČ spektra. Významný nedostatek je však jejich rozpustnost ve vodě, v alkoholech, kyselinách a dalších polárních látkách. Pro tyto případy používáme jiné materiály. Bývají to např. ZnSe nebo KRS-5 (směsný krystal jodidu a bromidu thallného), ty jsou proti těmto prostředím imunní. Nevýhodou KRS-5 je však toxicita a velmi vysoký index lomu. U vodných a kyselých roztoků je vhodné použít chlorid stříbrný. Práce s tímto materiálem vyžaduje opatrností, protože velmi citlivý vůči světlu. Měření v dlouhovlnných oblastech se využívá nejčastěji bromid nebo jodid cesný. K měření IČ spekter se také využívají materiály, které však už propouštějí záření v docela úzké oblasti spektra. Zde patří polyethylen nebo infrasil (křemenné sklo) aj.

a) Vzorky plynné

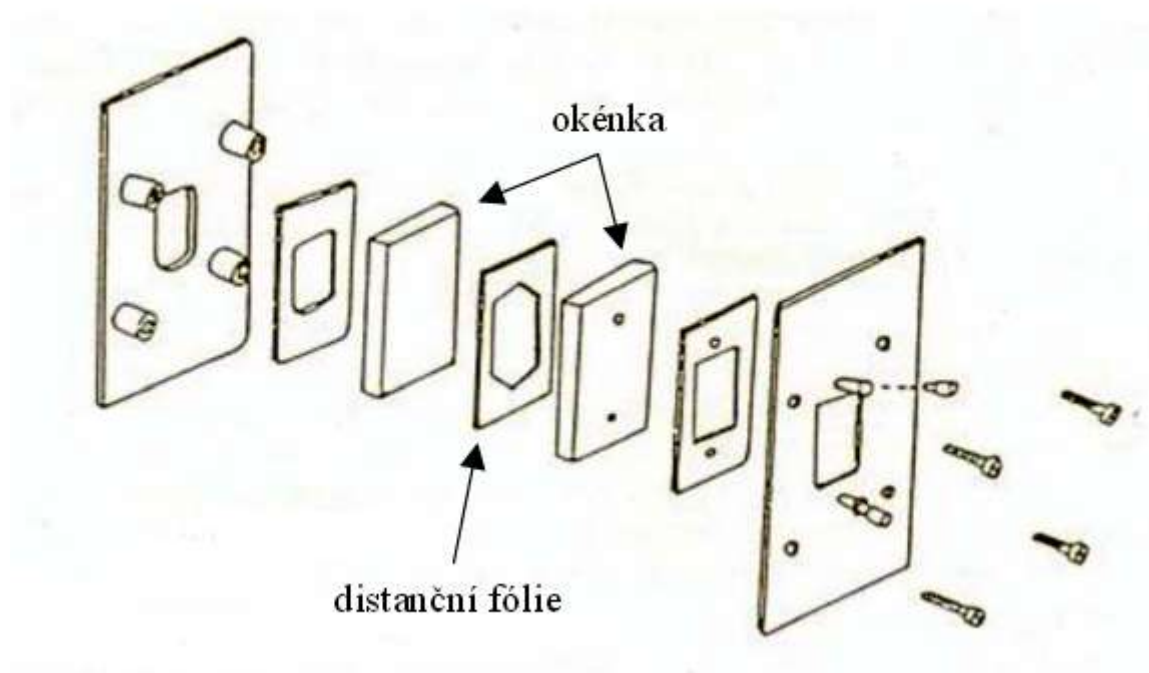
Plyny nemají příliš velkou hustotu molekul, tudíž se plyny měří v docela velkých vrstvách. Nejvíce se využívají kyvety o tloušťce 10 cm. Kyveta se skládá ze skleněného válečku, na jehož koncích jsou umístěna okénka z materiálu umožňující propouštění záření. Na válečku jsou plnicí otvory s kohouty přizpůsobené tomu, aby se kyveta mohla dobře evakuovat a plyn nasávat pod určitým tlakem.

Pro měření malých koncentrací látek plynného skupenství se používají kyvety s mnohonásobným průchodem paprsku, kde trajektorie paprsku dosáhne soustavou zrcadel délky až několika desítek metrů.

b) Vzorky kapalné

Zřejmě nejčastěji měříme IČ spektra látek v kapalném stavu (roztoky). Daná látka se rozpustí ve vhodném rozpouštědle a vlije do měrné kyvety. Základem kyvet jsou 2 okénka z vhodného propustného materiálu. První okénko, které slouží k plnění, je provrtáno dvěma otvory. Okénka jsou upevněna v kovovém držáku, na němž jsou rovněž plnicí

otvory. O tloušťce kyvety rozhoduje distanční folie, která bývá např. z olova, hliníku, teflonu. U roztoků používáme většinou kyvety o tloušťce asi 0,1-1 mm, u kapalných vzorků v rozmezí 0,02 - 0,04 mm. Kyvety se naplní injekční stříkačkou. Jedním otvorem se nalije roztok a druhým se zároveň dostává vzduch při plnění nebo vystříknutí roztoku ven z kyvety.



Obr.4.3 Rozebíratelná kapalinová kyveta [13]

Dále se používají i méně běžné kyvety. Jsou to např. kyvety o tloušťce jen několika mm, ty najdou uplatnění pro měření výrazně naředěných roztoků. Pro kvalitativní měření viskózních a nepříliš těkavých kapalin je možno aplikovat i tzv. techniku kapilární vrstvy, při níž je kapka zkoumané kapaliny stlačována mezi 2 okénka bez použití distanční fólie. U měření IČ spekter roztoků se musí vhodně zvolit rozpouštědlo. Každý druh rozpouštědla má v jednotlivých oblastech své charakteristické absorpční pásy. Není-li absorpce rozpouštědla dostatečně intenzivní, může se u dvoupaprskových spektrometrů nahradit tím, že do paprsku pro srovnání se vloží kyveta s čistým rozpouštědlem. U jednopaprskových spektrometrů je možno odečíst od pořízeného záznamu spektrum čistého rozpouštědla. Při výběru vhodného rozpouštědla se musí brát v úvahu 3 základní požadavky:

- jeho propustnost v co nejširší oblasti infračerveného spektra
- inertnost (nereaguje) vůči optickému materiálu okének
- zvolené rozpouštědlo nesmí reagovat s rozpouštěnou látkou

Tyto požadavky nejlépe splňují nepolární rozpouštědla a látky se zanedbatelnou změnou dipólového momentu molekuly. Nejpoužívanější je tetrachlormethan, sirouhlík, z polárnějších rozpouštědel např. chloroform. Z ostatních rozpouštědel se ještě používá např. dichlorethylen, cyklohexan a aceton. Tato všechna rozpouštědla nemají příliš široké uplatnění z důvodu četných absorpčních pásů.

c) Vzorky pevné

Přímé transmisní techniky

Pomocí přímého měření spekter na průchod se dosáhne získání kvalitních absorpčních spekter jednotlivých materiálů s minimálním ovlivněním přípravou vzorků na kvalitu spektra. Tato metoda jde aplikovat pouze na samonosné filmy polymerů.

Lisování tablet

Pro přípravu vzorku se asi 0,5 % hmotnosti vzorku (záleží na hodnotě absorbance) smíchá s vhodným optickým materiálem (nejběžněji KBr). V lisovací formě se poté v lisu (zároveň probíhá evakuace formy – z důvodu odstranění atmosférické vlhkosti) lisuje výrazným tlakem (cca 2 GPa) tableta. Na jakost vylisované tablety má vliv řada faktorů spojených s přípravou.



Obr. 4.4 Tabletovač [13]

Technika suspenzí

Zkoumaná látka pevného skupenství se suspenduje ve viskózní suspendující látce. Měří se infračervené spektrum kapilární vrstvy suspenze mezi okénky z vhodného optického materiálu. Látkou pro suspendaci je většinou parafinový olej (NUJOLU), ten ovšem absorbuje v části vibračních pásů C-H (valenční vibrace okolo 2900 cm^{-1} , deformační vibrace okolo 1400 cm^{-1} a rocking vibrace skupin CH_2 okolo 723 cm^{-1}).

4.4.2 Odrazné techniky

V IČ spektroskopii je mnoho druhů odrazných technik. Volba metody se řídí podle toho, o jaký vzorek jde. Vzorky mohou být pevné (tvrdé nebo pružné), kapalné nebo silně viskózní. U pevných vzorků nás zajímá reflexe na povrchu nebo absorpce tenkých vrstev na zrcadlově odrážejících površích.

a) Metoda zrcadlového odrazu

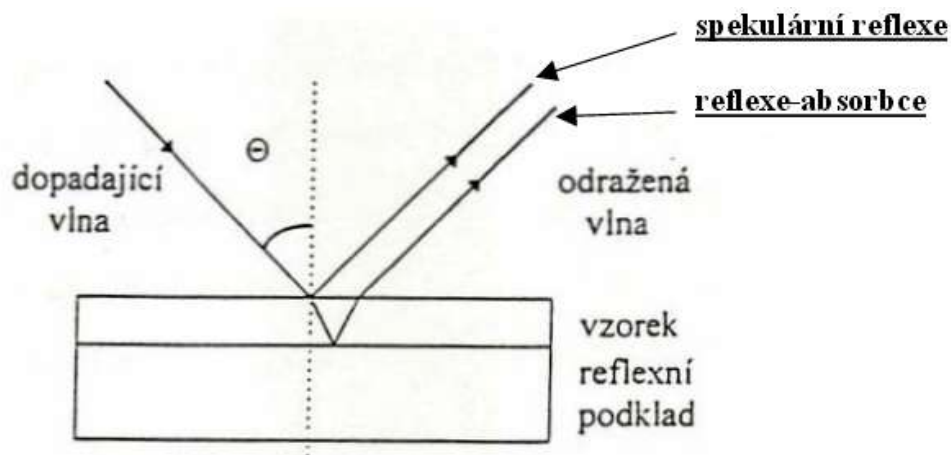
Nedestruktivní reflexní metoda, kde principem je zrcadlová reflexe na povrchu zkoumaného materiálu (úhel odrazu je roven úhlu dopadu). Velikost světelného odrazu závisí na těchto faktorech:

- úhlu dopadu
- indexu lomu vzorku
- kvalitě povrchu
- absorpčních vlastností vzorku

Podle způsobu interakce záření s povrchem testovaného vzorku se rozlišují 2 způsoby měření. První způsob je spjat se studováním reflexe na velkých površích např. to jsou gumy, vyleštěná keramika a polovodiče. Naměřené hodnoty se mohou lišit od transmisních spekter z důvodu vlivu derivačních pásů, ty vznikají superpozicí extinkčního koeficientu a disperze indexu lomu. Pro dosažení spektra blízkého transmisnímu spektru je potřeba na získaný spekulárně-reflexní záznam aplikovat Kramersovu-Kronigovu.

Druhá technika měření je spojena se zkoumáním velmi tenkých vrstev na zrcadlicích plochách, jako jsou např. nátěry na kovových plochách. Záření v tomto případě prochází filmem na povrchu, to se od zrcadlicí podložky odráží, opět projde filmem a je

rozpoznáno. Naměřené reflexně - absorpční spektrum je totožné s transmisním spektrem. Obvykle dopadá infračervený paprsek na vzorek pod úhlem 30° .



Obr. 4.5 Schéma zrcadlového odrazu u vzorku na reflexním podkladu [13]

b) Metoda difúzní reflexe - DRIFTS

Moderní metoda, vhodná pro pevné, především práškové vzorky. Dovede naměřit spektrum vzorků bez složité a destruktivní přípravy jako je např. mletí a následné lisování do tablet, přitom stačí i velmi malé množství těžko připravitelných vzorků (např. kousky laku nebo nerozpustných polymerů) v mikro nádobce nebo vzorek získaný z povrchu pomocí brusného papíru.

Část infračerveného záření odraženého od povrchu pevné látky je zrcadlově odrazena aniž by docházelo k absorpci (spekulární reflexe) a část infračerveného záření proniká do vzorku a poté ze vzorku opět vychází **absorbce** (difúzní reflexe, spekulární reflexe). Příslušná optika shromažďuje difúzní záření a soustřeďuje je na detektor infračerveného záření. Toto záření má v sobě informaci o absorpci ve vzorku.

Přednosti této metody jsou:

- minimální práce s přípravou vzorku
- docela vysoká citlivost
- schopnost analyzovat velmi špatně odrazivé materiály, neprůhledné nebo slabě absorbující

- schopnost analyzovat vzorek nepravidelného povrchu či povlaky - např. polymerní povlaky.

Při srovnání spekter transmisních a získaných metodou DRIFTS je zřejmý určitý rozdíl v intenzitách, obzvláště u méně intenzivních pásů. Tuto skutečnost odstraní použití tzv. **Kubelkových - Munkových jednotek** pro intenzity pásů v spektrech DRIFTS. Kubelkův-Munkův model vyjadřuje vztah mezi koncentrací vzorku a intenzitou měřeného IČ spektra. Dle K-M teorie platí pro tenkou vrstvu silně zředěného vzorku v neabsorbující matrici tento vzorec:

$$f(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s} \quad (4.1)$$

R - absolutní reflektance vrstvy v nekonečné hloubce (až 3 mm)

k - molární absorpční koeficient

s - rozptylový koeficient, závislý na velikosti částic a na naplnění vzorkovacího kelímku

Hlavní vlivy na měření technikou DRIFTS:

- **index lomu vzorku a matrice** - ovlivňuje především velikost zrcadlové reflexe.

U organických látek jsou vyvolány změny tvaru pásů a relativní intenzity v důsledku nelinearity mezi intenzitou a koncentrací. U anorganických látek často silná zrcadlová reflexe přispívá k inverzi pásů (zbytkové pásy), kterou je možno potlačit silným zředěním vzorků v neabsorbující matrici a použitím oddělovače (blockeru).

- **velikost částic** - ovlivňuje především šířku a relativní intenzity pásů ve spektru. Pro získání vypovídajícího spektra je třeba dosáhnout uniformního rozložení velikosti částic (nejlépe rozměrů 10 - 20 μm) rozředěných v neabsorbujícím prostředí.
- **homogenita vzorku** - je základem Kubelkovy-Munkovy teorie
- **koncentrace vzorku** – má široké rozmezí. Pro silně koncentrované vzorky o velkém indexu lomu však velmi vzroste spekulární složky reflexe.

c) Metoda zeslabené totální reflexe – ATR

Metoda vhodná pro velmi absorbující kapalně a viskózní vzorky, gely, polymerní vrstvy i práškové vzorky. Uplatnění metoda ATR najde především tam, kde se zajímáme o povrch studovaného materiálu. Princip spočívá v totální vnitřní reflexi IČ záření při průchodu krystalem o velkém indexu lomu. Ve vzorku vzniká při totálním odrazu na rozhraní opticky hustšího prostředí (ATR hranol) s prostředím opticky řidším (vzorek) zeslabující se (evanescentní) absorpční vlna. ATR měření jsou ovlivňována řadou faktorů např.:

- **vlnová délka IČ záření** - ze závislosti hloubky průniku na vlnové délce je patrné, že relativní intenzity pásů ve spektru ATR klesají s rostoucím vlnočtem ve srovnání s transmisním spektrem téhož vzorku - proto je nutné provést tzv. ATR korekci
- **index lomu**
- **hloubka průniku**
- **tvár krystalu ATR** – rozeznáváme jedoodrazové a víceodrazové ATR krystaly dle geometrie paprsku jím procházejícího a tvaru krystalu

Víceodrazové ATR krystaly jsou spjaty s **efektivní hloubkou průniku (EPL)** – ta je definována vztahem (4.2):

$$EPL = d_p N \quad [\text{mm}] \quad (4.2)$$

$$N = \frac{1}{t} \cotg \Theta \quad [\text{mm}] \quad (4.3)$$

N je počet odrazů

T tloušťka krystalu

Θ úhel dopadu

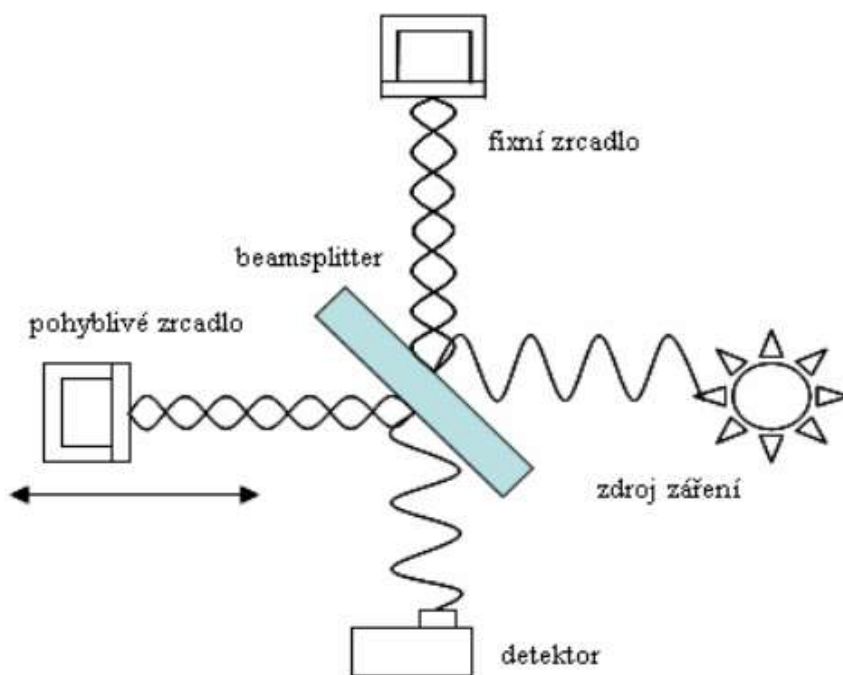
- **úhel dopadu** paprsku infračerveného záření má tyto 3 základní vlivy na spektrum ATR vzorku:
 - úhel dopadu je větší než kritický úhel pro dosažení totální reflexe
 - určí množství odrazů od krystalu
 - ovlivní hloubku průniku paprsku

- **kontakt vzorku s krystalem** - síla evanescentní vlny velmi rychle klesá, z tohoto důvodu musí být kontakt těsný, což se nejlépe uskuteční u kapalných nebo plastických vzorků
- **materiál ATR krystalu** – nejdůležitějším faktorem je index lomu, oblast propustnosti pro infračervené záření a chemické vlastnosti krystalu, nejčastěji užívané materiály pro ATR krystaly jsou KRS-5.

4.4.3 Infračervená spektrometrie s Fourierovou transformací

Disperzní infračervené spektrometry s mřížkovým monochromátorem mají různá omezení, jedním z nedostatků je určité pomalé získávání spekter, příliš nízká citlivost, malý poměr signálu k šumu, téměř nemožné získání dostatečného rozlišení v širokém rozsahu vlnočtů a náročnost měření silně absorbujících vzorků. U infračervené spektrometrie s Fourierovou transformací (FTIR) se interferometricky získaný signál převádí pomocí matematické operace - **Fourierovou transformací** - na IČ spektrum.

Základním prvkem FTIR spektrometru je Michelsonův interferometr. Na obr 4.6 je znázorněn princip tohoto interferometru. Záření ze zdroje dopadá na polopropustný dělič paprsků, ten jednu polovinu paprsků propustí k pohyblivému zrcadlu, druhá polovina paprsků se odráží směrem k pevnému zrcadlu. Paprsky se od obou vzájemně kolmých zrcadel zpětně odrážejí a na děliči paprsků se dle polohy pohyblivého zrcadla buď odečítají, nebo sčítají, dochází k interferenci. S měnícím se optickým dráhovým rozdílem δ obou paprsků, dopadající signál na detektor generuje **interferogram**.



Obr. 4.6 Michelsonův interferometr [15]

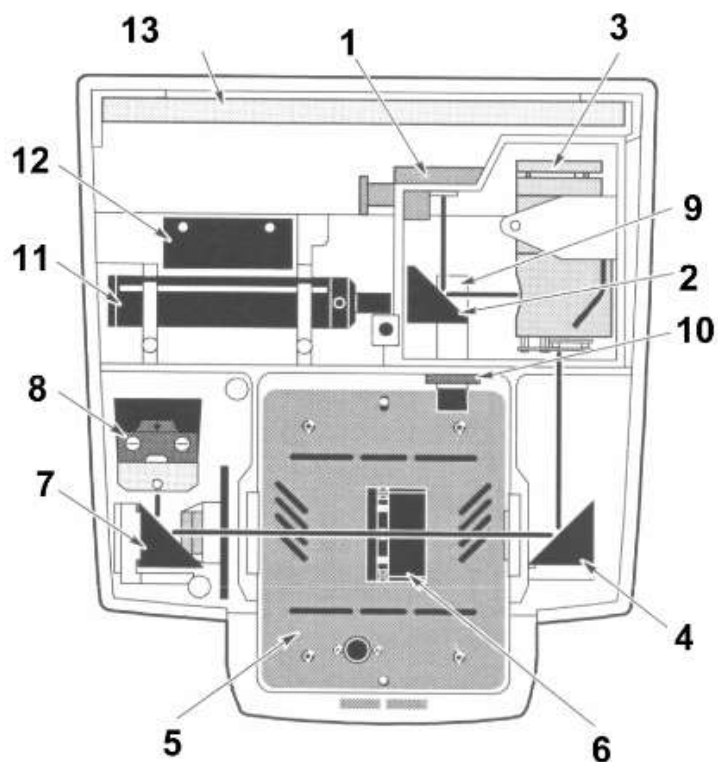
Pro monochromatický zdroj záření je amplituda signálu na detektoru kosinovou funkcí polohy zrcadla. Při konstantní rychlosti pohyblivého zrcadla u , je frekvence f_v signálu na detektoru přímo úměrná vlnočtu záření $\tilde{\nu}$.

Pro polychromatický zdroj záření je potom signál detektoru součtem všech interferencí každé frekvence, jenž se integruje se všemi ostatními frekvencemi, výsledkem je tzv. multiplexní interferogram.

Rekombinovaný paprsek prochází vzorkem v kyvetovém prostoru a frekvence, které nebyly pohlceny, jsou přivedeny na detektor. Zpracování signálu, provedení transformace a řízení přístroje je prováděno počítačem s příslušným softwarem.

Výsledný interferogram obsahuje veškeré spektrální informace, které se z něho musí získat Fourierovou transformací.

FTIR spektrometry mají mnoho výhod, např. vysoká světelnost, velká rozlišovací schopnost, vlnočtová správnost získaného spektra, velká rychlost záznamu nebo možnost měřit v širokém vlnočtovém rozsahu. Pro zdokonalení poměru signálu k šumu se ve FTIR spektrometrech spektra akumulují několikanásobným záznamem. Takto pořízené kvalitní záznamy (v digitální formě) lze dále zpracovávat, vyhodnocovat a interpretovat s použitím výpočetní techniky. [13]



Obr. 4.7 Schéma IČ spektrometru s FTIR – Nicolet Avatar 320 [12]

- 1 – zdroj IČ záření
- 2 – zrcadlo fokusující záření do interferometru – zrcadlo je pevné
- 3 – i nterferometr s pevným KBr děličem paprsku
- 4 – zrcadlo soustřeďující záření do kyvetového prostoru
- 5 – kyvetový prostor
- 6 – držák vzorku
- 7 – zrcadlo soustřeďující záření na detektor
- 8 – detektor
- 9 – sušidlo
- 10 – indikátor vlhkosti
- 11 – laser
- 12 - napájení laseru
- 13 – elektronické moduly

5 Analýza hydraulických olejů

5.1 Postup odběru vzorku oleje

Vzorek testovaného oleje musí vypovídat o stavu veškeré olejové náplně systému, pokud tento požadavek není dodržen, dochází ke zkreslení výsledků. Je tudíž nezbytné, aby byl dodržen následující pracovní postup.

Před odběrem vzorku oleje je třeba zvolit vhodně odběrné místo vzorku. Toto místo může být určeno v technické dokumentaci, není-li zde uvedeno, je třeba toto místo určit pomocí výrobce či servisu zařízení. Pokud ani tyto informace nejsou k dispozici, místo odběru vzorku oleje určí tribotechnik společně s vedením provozu a údržby, dle konstrukce strojního zařízení a charakteru provozu.

Je třeba zajistit skutečně reprezentativní vzorek oleje vypovídající o technickém stavu stroje. Toho dosáhneme vhodně zvoleným místem odběru a při jeho volbě je třeba myslet na tyto faktory:

- účel odběru – co chceme rozborem zjistit
- turbulentnost proudění před místem odběru (zde dochází k udržování nečistot v mazivu ve vznosu)
- otvor výtoku vzorku ve směru přítoku maziva do odběrového místa (nikoli kolmo)
- místo, splňující výše uvedené podmínky je oblast kolen potrubí mazacího systému
- odběrové místo zvolit nejlépe na vratném potrubí mazacího systému někde mezi filtrem a poslední vratnou větví před vratným potrubím. Tím je zajištěno zachycení v zařízení emitovaných částic ve vzorku pro stanovení opotřebení zařízení a úrovně znečištění systému. Pokud chceme určit účinnost filtrace, místo odběru volíme za filtrem
- odebíráme-li přímo z olejových nádrží, provedeme odběr někde v místě zaústění vratného potrubí do nádrže mazacího systému a to buď nasátím vzorku z cca $\frac{1}{2}$ výšky hladiny oleje v nádrži nebo z výpustného ventilu umístěného v nejnižším místě nádrže po odpuštění určitého množství oleje do nádoby (0,2 – 2 % objemu náplně) ta je po odběru vrácena zpět do nádrže
- místa pro odběr vzorku bývají dána nalévacími či odvzdušňovacími otvory
- při odběru z přepravních nádob (sudy, cisterny) musí být obsah zhomogenizován a potom se provádí odběr z $\frac{1}{2}$ výšky hladiny oleje v nádobě nebo pokud

homogenizace oleje není možná, odebíráme vždy po 1/3 vzorku v úrovních nade dnem, uprostřed nebo pod hladinou.

Po stanovení vhodného odběrného místa je třeba fotodokumentovat toto místo.

Tribotechnik musí mít k dispozici všechny informace o konstrukci a udržování strojního zařízení a na základě toho rozhoduje. Tyto informace napomáhají také k vypracování objektivní zprávy pro strojní zařízení na základě analýzy odebraného vzorku oleje z mazacího systému.

- Odběr vzorku uskutečnit během provozu nebo bezprostředně po vypnutí zařízení, než dojde k procesu sedimentace částic a komponent oleje – vzorek musí vypovídat o celé olejové náplni.
- Odběr vzorku je třeba uskutečnit před doplněním olejové náplně nebo nejdříve po 24 hodinách provozu od doplnění.
- Před vlastním odběrem je potřeba zajistit okolí odběrného místa, proti vniknutí nečistot do oleje.
- Olej se odebírá do předem připravené vzorkovnice, ta musí být suchá, čistá a je opatřena vyplněným evidenčním štítkem.
- K odběru se používá umělohmotná stříkačka s hadicovým prodloužením. Odebereme určité množství do stříkačky na propláchnutí a tento proplach nevracíme zpět do zařízení, ale dáme jí do předem připravené nádoby. Tímto se zamezí zkreslení vzorku vzorky předchozími.
- Vzorkovnice by se měly otevřít bezprostředně před plněním, mohlo by dojít k proniknutí nečistot do samotné vzorkovnice popř. víčka vzorkovnice. Po naplnění vzorkem ihned uzavřít. Poté co nejdříve doručit do laboratoře.

5.1.1 Odběr do vzorkovnic

Vzorek se odebere pomocí stříkačky, tak že hadici ponoříme asi do půlky výšky hladiny oleje, přitom se nesmíme dotknout zařízení. V dolní části se nacházejí usazeniny, které se přímo mazání netýká (necirkulují systémem) – vzorek by nebyl objektivní a neurčoval by skutečný stav olejové náplně. Vzorkovnice musí být naplněna asi do $\frac{3}{4}$ objemu. Vzorkovnici neplníme až po hrdlo, protože před vlastním rozbořením se musí vzorek **důkladně protřepat** a to buď ručně, nebo k tomuto účelu vhodným zařízením.

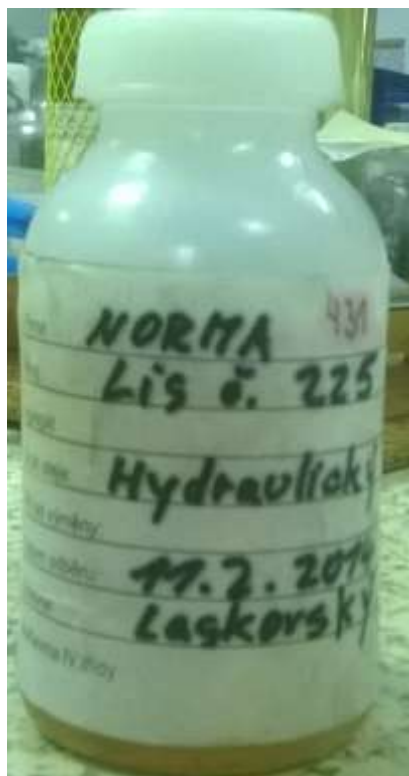
Maloobjemová zařízení jako jsou např. vibrační separátor, odstředivky je nutno po odběru ihned doplnit stejným množstvím nového maziva. Vzorky označené štítkem jsou uloženy a připraveny k rozboru. Na evidenčním štítku musí být zapsány tyto údaje: (viz obr. 5.2)

- Firma, v které byl vzorek pořízen
- Stroj
- Agregát
- Druh oleje
- PH od výměny
- Datum odběru
- Jméno osoby, která odběr provedla



Obr. 5.1 Skladování odebraných vzorků ve vzorkovnicích

Vzorkovnice s odebranými vzorky jsou ve firmě, která provádí testování těchto olejů uloženy po dobu 3 měsíců, poté se tyto vzorky likvidují.



Obr. 5.2 Vzorkovnice s odebraným vzorkem a popisem

5.2 Postup měření na IČ spektrometru

Ve firmě ESOS Ostrava je pro měření IČ spektrometr Nicolet Avatar 320 FTIR s DTGS detektorem, spektrálním rozsahem $7800 - 350 \text{ cm}^{-1}$, rozlišení cm^{-1} , dělič paprsků KBr. Řízeno standartním PC. Naměřená data se převáděla do PC pomocí programu Omnic. A dále byla provedena kalibrace pomocí programu TQ Analyst. Jako odrazový krystal je zde použit selenid zinečnatý (ZnSe).



Obr. 5.3 Nicolet Avatar 320

Na základě porovnání změřených spekter referenčního oleje a vzorku oleje provozního zjišťujeme stav degradace a znečištění olejové náplně.

Pracovní postup:

- Ikonou na ploše Windows otevřeme program OMNIC.
- Kontrola energií laseru – collect-experiment setup-bench. Pokud se od posledního justování změnila maximální a minimální hodnota o více než 0,5, pak se provede justování přístroje. Kontrola energií i justování se provádí při otevřeném vzorkovacím otvoru a při vloženém nástavci na průchod.
- Vložíme ATR nástavec. Před měřením vzorku musíme změřit pozadí. Collect-collect background. Toto změřené spektrum se automaticky ukládá do paměti, proto odklikneme po změření nezobrazovat.
- Homogenizujeme vzorek referenčního oleje a nanese teflonovou špachtlí na celou plochu ATR krystalu.
- Změříme spektrum. Collec-collect sample. Odklikneme zobrazení spektra a uložíme do složky Spectra.
- Čištění krystalu provádíme technickým benzínem opláchnutím stříčkou a vyleštěním ultra soft jemným papírovým kapesníkem. Čištění provádíme vždy v jiné místnosti, než je umístěn IČ spektrometr z důvodu ovlivnění spekter měřených vzorků, parami benzínu.
- Krystal vložíme zpět do přístroje a změříme pozadí.
- Homogenizujeme vzorek provozního oleje a nanese teflonovou špachtlí na celou plochu ATR krystalu.
- Změříme spektrum. Collec-collect sample. Odklikneme zobrazení spektra a uložíme do složky Spectra.
- Očistíme krystal a vložíme zpět do přístroje.
- Ikonou v záhlaví programu OMNIC otevřeme program olejový analyzátor. Program automaticky provede kontrolu čistoty krystalu a změří pozadí.
- Překopírujeme změřené spektrum reference do složky REF v programu OILANAL.
- V programu zvolíme referenci k vyhodnocení
- Spektrum provozního vzorku necháme načíst z disku. V záhlaví programu OILANAL.

- Proběhne samotné vyhodnocení a výsledky potvrdíme kliknutím na OK. Ty se automaticky uloží do ASCII souboru na místním disku C: ve formátu TXT.

Justování:

Provádí se softwareově. Colect-experiment setup-diagnostic-align...

Kalibrace ATR krystalu:

Krystal se kalibruje na cyklohexan pomocí olejového analyzátoru. Postupuje se přesně podle navádění softwaru.

Spectro-test:

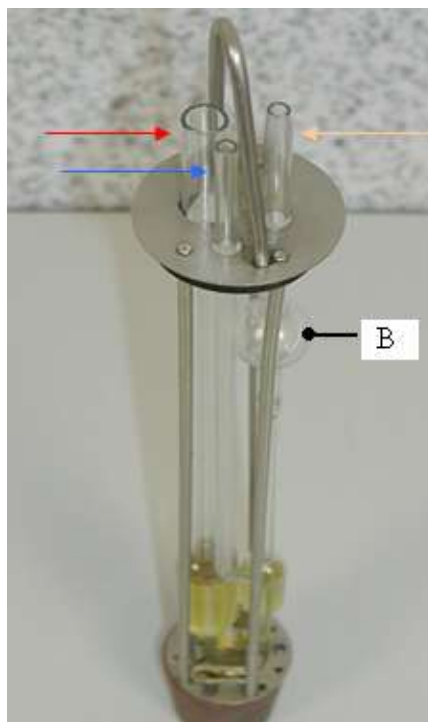
Provádí se každé tři měsíce pomocí zakoupených disket, které dodává dodavatel přístroje. Následují se pokyny z diskety. Po testu se disketa zašle dodavateli na vyhodnocení, který vystaví protokol o provedení testu a stavu IČ spektrometru.

5.3 Postup měření viskozity viskozimetrem typu Ubbelohde – ČSN EN ISO 3104

Viskozimetr typu Ubbelohde je kapilární viskozimetr. Měříme dobu, za kterou vyteče určený objem kapaliny.

Konstantu viskozimetru zjistíme měřením kapaliny o známé viskozitě. Kinematickou viskozitu vypočteme z rovnice $\nu = A \cdot t$. Kapalina při měření vytéká z nádoby B (daný objem je na ní vyznačen dvěma ryskami) kapilárou K. Kapilára ústí do nádoby D, která je spojena trubicí 3 s okolím, takže kapalina vytéká proti konstantnímu, tj. atmosférickému tlaku. Kapalina pomalu stéká po stěnách nádoby D.

Výrobce dodává mnoho sad viskozimetrů, lišících se od sebe průměrem kapiláry a hodící se proto pro různě viskózní kapaliny. Vhodný viskozimetr vybereme podle **doby výtoku kapaliny**, která by měla být v rozmezí od 200 do 1000 s. Na každém viskozimetru je uvedena jeho konstanta. Ve zkušebním listu je uvedena mj. i kapalina, která byla použita k jeho justování, tj. ke stanovení konstanty. Před každou sadou měření je třeba si konstantu ověřit, neboť sebemenší nečistota v kapiláře má značný vliv na dobu výtoku kapaliny.



Obr. 5.4 Viskozimetr Ubbelohde

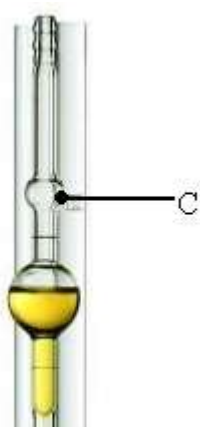
Trubice 1 - → Trubice 2 - → Trubice 3 - →

Pracovní postup

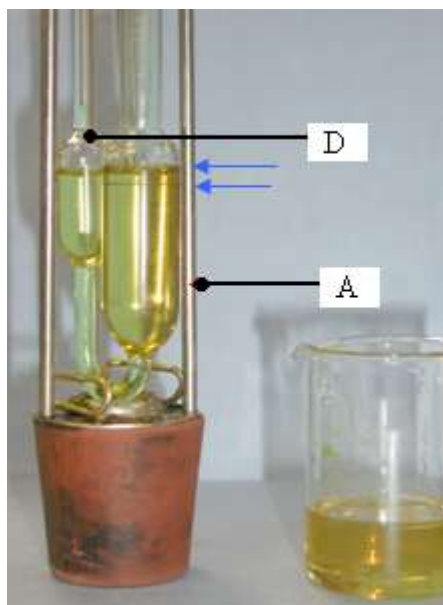
Nejdříve vzorek zkoušeného oleje zahřejeme ve vodní lázni na 40°C , poté jej důkladně promícháme přímo ve vzorkovnici na třepačce. Zkoušený olej nalijeme do připravené a suché kádinky a z ní naléváme do trubice 1 ústící do nádoby A viskozimetru.

Viskozimetr naplníme olejem tak, aby hladina v nádobce A ležela mezi dvěma na ní vyznačenými ryskami → → viz.obr 5.6. Pak jej upevníme do kovové závěsné klece.

Zavěsíme do lázně teploty 40°C . Viskozimetr musí být ponořen až po horní okraj nádoby C a necháme vytemperovat (30 min).



Obr. 5.5 Viskozimetr Ubbelohde [20]



Obr. 5.6 Viskozimetr Ubbelohde

Pak se nasadí na trubici 2 hadička s trubičkou, uzavře se prstem trubice 3 a nasaje se kapalina až do nádoby C. Poté odstraníme trubičku a spustíme stopky pro měření času průtoku oleje danou 2 ryskami. Zastavíme je, až se meniskus dotkne dolní rysky pod nádobkou B.

Měření provádíme dvakrát a rozdíl výsledků nesmí být větší než $\pm 0,5\%$.

Ihned po měření olej vylijeme a viskozimetr vypláchneme technickým benzínem a dáme sušit.

Kinematickou viskozitu vypočteme dle vzorce : $v = A \cdot t$ (5.1)

Kdy A je konstanta kapiláry násobená dobou průtoku oleje t v sekundách.

5.4 Stanovení kódu čistoty dle ČSN ISO 4406/87

Monitor čistoty dCA počítá částice při použití patentované metody blokování pórů. Vzorek kapaliny proudí přes přesné kalibrované sítko v sestavě snímače, kde částice, které jsou větší než otvory v sítku (póry), jsou zachyceny. Z tohoto zablokování vyplývá zpomalení proudění. Eventuální menší částice zaplňují místo kolem velkých částic a tím

ještě více omezují proudění. Výsledek je křivka časové závislosti zmenšování proudění. Počítač převádí tuto křivku na křivku rozložení velikosti částic.

Pracovní postup:

- K používání monitoru dCA je zapotřebí zdroj vzduchu s tlakem mezi 80 a 120 psi (5-8 BAR). Použijeme kompresor Einhell Global EURO 8/24.
- Umístíme volný konec dostupné hadice do zbytkové olejové nádoby tak, že tekutina použitá v testu je vstřikována přímo do této nádoby (hadice je stočená a připevněna k zadní části laboratorního přístroje).
- Připojí se zdroj vzduchu k vzduchovému filtru na zadní části laboratorního přístroje.
- Seřídí se regulátor tlaku. Čím větší je tlak, tím rychlejší je cyklus testu. Je třeba se vyhnout tlaku pod 50 psi (3 BAR).
- Vzorek oleje se promíchá ve vzorkovací lahvi po dobu nejméně 5 min tak, aby byly částice v tekutině homogenně rozmístěny. Promíchání je velmi důležité pro přesnost dCA. Vzorek se přelije do speciální vzorkovací lahvičky určené k měření a opět je třeba zhomogenizování vzorku na třepače.
- Před otevřením jedné ze dvou tlakových komor se ujistíme, že jsou odtlačovány. Knoflík řízení tlaku by měl ukazovat nahoru před odstraněním víka. Je vhodné používat jednu tlakovou komoru výhradně pro testy a druhou pro kalibraci. Tlakové komory otevřít odšroubováním a odstraněním poklopů.
- Speciální lahvičku s měřeným vzorkem umístíme pomocí pinzety do tlakové komory. Vzorek tekutiny se nesmí nalévat přímo do tlakové komory.
- Uzavřenou komoru (ručně přitažený poklop) zajistíme, aby plastová trubice v dolní části poklopu tlakové komory vedla do lahvičky s měřeným vzorkem. Natlakuje se komora pomocí otočení řídicího knoflíku tlaku (umístěný za komorou) ve směru hodinových ručiček do polohy šipky knoflíku směrem dolů.
- K testovacímu místu v horní části tlakové komory připojíme odvodnou hadici a nechá se vzorek protékat po dobu přibližně jedné sekundy. To vyčistí plastovou hadici uvnitř komory a připraví ji k samotnému testu.
- Na připojeném počítači s nainstalovaným programem Lube Link se otevře databáze vzorků a připraví se k testu vybráním v menu „File“ ikony „Oil Test“. Dále pod ikonou „dCA“ v dialogovém okně zvolíme „Use dCA senzor“

a v dalším dialogovém podokně zvolíme velikost používaného senzorového sítko. Toto se potvrdí příkazem OK.

- Klikneme na ikonu „Test“ a do deseti sekund připojíme měřící senzor k tlakové komoře. Tímto se automaticky spustí test.
- Jakmile je test ukončen, data se zobrazí v tabulce dialogového okna „Oil Test“.
- Po ukončení práce je zapotřebí odvědušnit tlakovou nádobu. Nikdy se neotvírá lahvička s měřeným vzorkem, dokud není vše připraveno pro test. Věnujeme velkou pozornost případnému vniknutí nečistot z okolního prostředí do měřeného vzorku.

dCA sítko senzoru je automaticky čištěno během odsávání vzorku po měření, ale doporučuje se provádět čištění v ultrazvukové čističce v pravidelných intervalech. Při každé výměně sítko je nutné do počítače nastavit velikost a kalibrační číslo (v menu „Setup“) konkrétního sítko, které je vyryto na sítko.



Obr. 5.7 Stanovení kódu čistoty

5.5 Stanovení čísla kyselosti ČSN ISO 6618

Stanovení čísla kyselosti na COULOMETRU WTK je založeno na titraci kyselých sloučenin, obsažených ve zkoušeném materiálu, alkoholickým roztokem hydroxidu draselného. Podle normy ČSN ISO 6618 se titrace vzorku rozpuštěného ve směsi alkohol + toluen provádí volumetrickou titrací na barevný indikátor, alkalickou modř B6, do

změny barvy z modré na červenou nebo u tmavších olejů z modrého odstínu na červený. Průběh titrace je řízen spektrofotometrickým signálem pro stanovení čísla kyselosti.

Před vlastní zkouškou musí být vzorek zhomogenizován. Homogenizace spočívá v předeřtání vzorku cca na 40 °C a asi 5 minutovém protřepání na třepačce.

Navážka vzorku pro vyšší kyselosti se volí nižší – max. 0,1 g. Pro nižší obsahy kolem 0,3 g. Navážení provádíme prostřednictvím injekční stříkačky.

➤ **Provedení navážky**

- do injekční stříkačky natáhneme předpokládané trojnásobné množství oleje vzorku.
- váhy vynulujeme – „tára“
- stříkačku postavíme na vážící misku a váhu opět vynulujeme – „tára“
- po vstříku určitého podílu objemu vzorku stříkačku postavíme na vážící misku, na displeji naskočí váha použitého vzorku oleje u vysoko viskózních olejů se ředí vzorek toluenem.

➤ **Plnění titrační nádoby:**

- Skleněná titrační nádoba je konstruována na principu spojených nádob. Před naplněním vpravíme do titrační nádoby teflonové míchadlo. Zapneme míchání bez ohřevu.
- Do prostředního prostoru se nalévá katolyt ACITITRON B6 . Levé rameno nádoby se plní anolytem ACITITRONEM P (cca 0,5 ml). Od katolytu je odděleno diafragmou. Je nutné, aby úroveň hladiny anolytu byla níže než úroveň katolytu.
- Titrační prostor musí být zcela zaplněn titračním roztokem (musí zaplňovat i kapiláru plnicího ramene s vyloučením vzduchových bublin). Pravé rameno slouží pro nástřik vzorku oleje.

➤ **Zapojení elektrod** - propojením kabelů mezi potenciometrem a titrační nádobkou. Nesmí být překříženy.

➤ **Provedení předtitrace** – proběhne klávesou RESET. Modrý roztok v titrační nádobce zřítaloví a na displeji se objeví hodnota v µg. Pokud je hodnota vyšší než 150 µg, složení roztoku není objektivní (namíchání roztoku je složitá a komplikovaná záležitost).

➤ **Nastavíme kompenzační proudy** – opět klávesou RESET. Po ustálení musí být na displeji hodnota průměrného kompenzačního proudu v rozsahu 0 – 4 mA

(optimální stav je do 3 mA). Výše kompenzačního proudu musí být stejná po ukončení zkoušky.

Stlačením klávesnice RUN **zahájíme titraci vlastního vzorku oleje** (RUN není nutno používat). Pokud se použije, pak vzorek musí být vložen nejpozději do 4 min

- **Vpravíme vzorek oleje** – jehlu injekční stříkačky ponoříme do titrační nádoby do max. možné hloubky a teprve potom provedeme vlastní nástřik – probíhá titrace vzorku. Na displeji se objeví zjištěné množství v jednotkách $\mu\text{g KOH}$.

- **Zjistíme navážku vzorku**

ENTER, vyťukáme hodnotu navážky, ENTER – na displeji se objeví vypočtená hodnota obsahu čísla kyselosti v mg KOH/g oleje .

Zkoušku provádíme 2x.

Titrační roztok lze použít i násobně (pro více zkoušek) a navážka se musí volit tak, aby výsledek po titraci vzorku byl min. $40 \mu\text{g KOH}$.



Obr. 5.8 Stanovení čísla kyselosti

Údržba tohoto zařízení:

- Potenciometr se nastavuje v těchto případech: na displeji se objevuje ERROR 2, kompenzační proudy se začínají blížit k hodnotě 4 mA, nevyhovující barevný přechod modrá až červená (rozhraní musí být uprostřed).
- Pt-elektrody musí být čisté, jestliže nejsou, lehce ošetřit vatou.

- Titrační plocha se nesmí znečistit chemikáliemi – zabránit jejich vniku do elektroniky potenciometru.
- Titrační nádobku promýt 2x ročně agresivní látkou a to tak, že do nádobky nalijeme agresivní látku, ihned po nalití uvidíme, jak se nečistoty uvolňují, agresivní látku v nádobce nenecháváme moc dlouho. Nádobku promyjeme čistou vodou a neutralizujeme ji, poté ji vložíme do ultrazvukové čističky. Nakonec nalijeme do nádobky toluen.

5.6 Stanovení obsahu vody coulometricky v hydraulických olejích

Pro tuto zkoušku se opět využívá přístroj COULOMETR WTK.

Voda reaguje s jódem a dalšími složkami roztoku stechiometricky, takže stanovení lze převést na velmi přesnou coulometrickou metodu s elektrochemickou generací titračního činidla.

Před vlastní zkouškou musí být vzorek zhomogenizován. Homogenizace spočívá v předeřtání vzorku cca na 40 °C a asi 5 minutovém protřepání na třepačce.

- Navážka vzorku - pro vyšší obsahy vody se volí navážka nižší – cca 0,2 g. Pro nižší obsahy kolem 1,0 g. Navážení provádíme prostřednictvím injekční stříkačky.

Navážku provedeme následujícím způsobem:

- do injekční stříkačky natáhneme předpokládané trojnásobné množství oleje vzorku.
- váhy vynulujeme – „tára“
- stříkačku postavíme na vážicí misku a váhu opět vynulujeme – „tára“
- po vstřiku určitého podílu objemu vzorku stříkačku postavíme na vážicí misku, na displeji naskočí váha použitého vzorku oleje
- Titrační nádobka je naplněna titračním roztokem asi do poloviny jejího objemu, tj. cca 125 ml. Na dně je teflonové míchadlo. Je zapnuto míchání – bez ohřevu.
- Upravíme časovou prodlevu pro nástřik vzorku. Výrobce je stanovena na 10 s, někdy nestačí. Provedení změny časové prodlevy – stlačit klávesu 1, držet a následně stlačit klávesu RESET. Na displeji se objeví čas nastavený výrobcem. Vytukáme žádaný čas v sec. a stlačíme ENTER. Takto zvolený čas vydrží do vypnutí přístroje.

- Nastavíme kompenzační proudy – stlačením klávesnice RESET (i opakovaně). Po ustálení musí být na displeji hodnota průměrného kompenzačního proudu (vlevo) v rozsahu 0 – 4 mA (optimální stav je do 3 mA). Výše kompenzačního proudu musí být stejná po ukončení zkoušky.
- Stlačením klávesnice RUN zahájíme titraci vlastního vzorku oleje. Proto ve stanovené časové prodlevě musíme vpravit vzorek oleje injekční stříkačkou do titrační nádoby. Abychom zamezili vzniku visící kapky na jehle (ztráta na navážce – kapka by uvízla na polypropylénovém uzávěru při vytahování jehly ven z titrační nádoby), provedeme minimální povytažení pístu stříkačky zpět ještě před vytažením z titrační nádoby.
- Zjistíme navážku vzorku, vytukáme hodnotu navážky, na displeji se objeví vypočtená hodnota obsahu vody v ppm, a to na 1 desetinné místo. [16]

Tuto zkoušku provádíme 2x.



Obr. 5.9 Stanovení obsahu vody – coulometricky

5.7. Testované oleje

5.7.1 Hydraulický Olej Hydransafe HFDU 46

Vlastnosti oleje Hydransafe HFDU 46

TOTAL HYDRANSafe HFDU 46 je hydraulická kapalina s omezenou hořlavostí HFDU - k okamžitému použití. Lze ji míchat s minerálními oleji, má výbornou odolnost proti ohni, maximální biologickou odbouratelnost (OECD 301B) a poskytuje dostatečnou ochranu proti opotřebení. Tato hydraulická kapalina je doporučena pro snížení míry rizik při styku s životním prostředím v případě úniku. Pracovní teploty -10°C až $+70^{\circ}\text{C}$ průběžně, $+120^{\circ}\text{C}$ ve špičkách. Její viskozita při 40°C je $47,5 \text{ mm}^2/\text{s}$.

Bod vzplanutí - 310°C

Kinematická viskozita při 40°C – $47,5 [\text{mm}^2/\text{s}]$

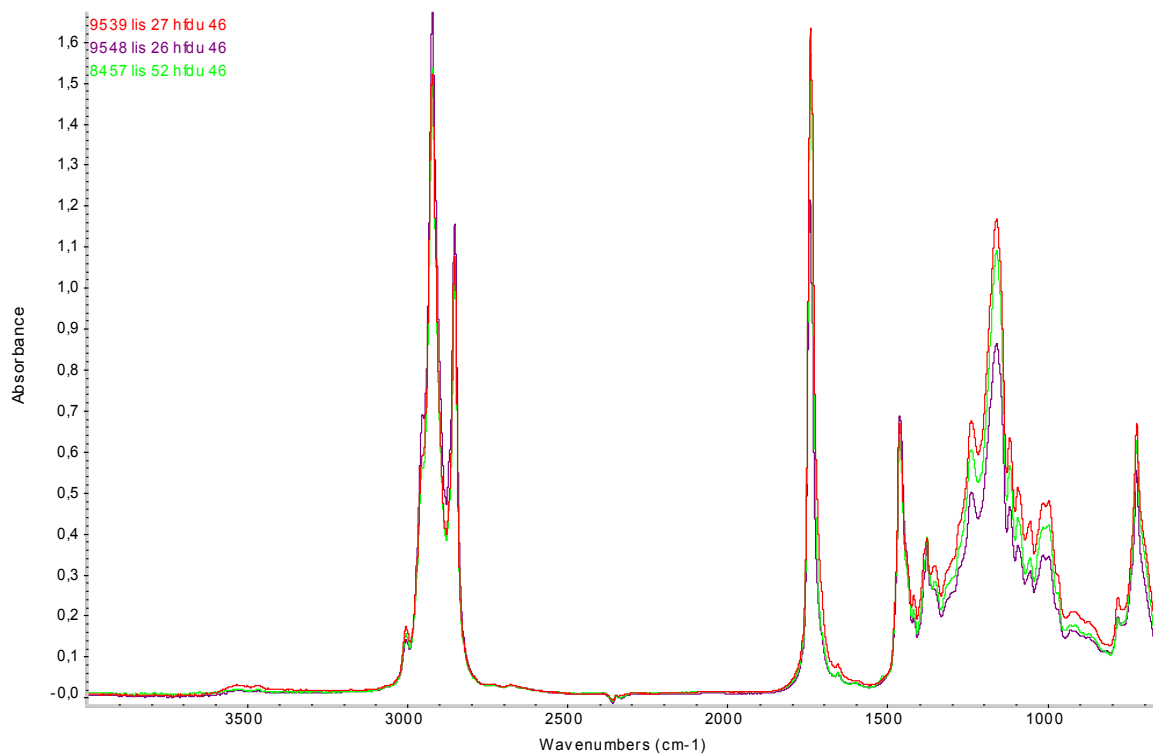
Bod tuhnutí - -42°C

Viskozitní index – 185 [17]

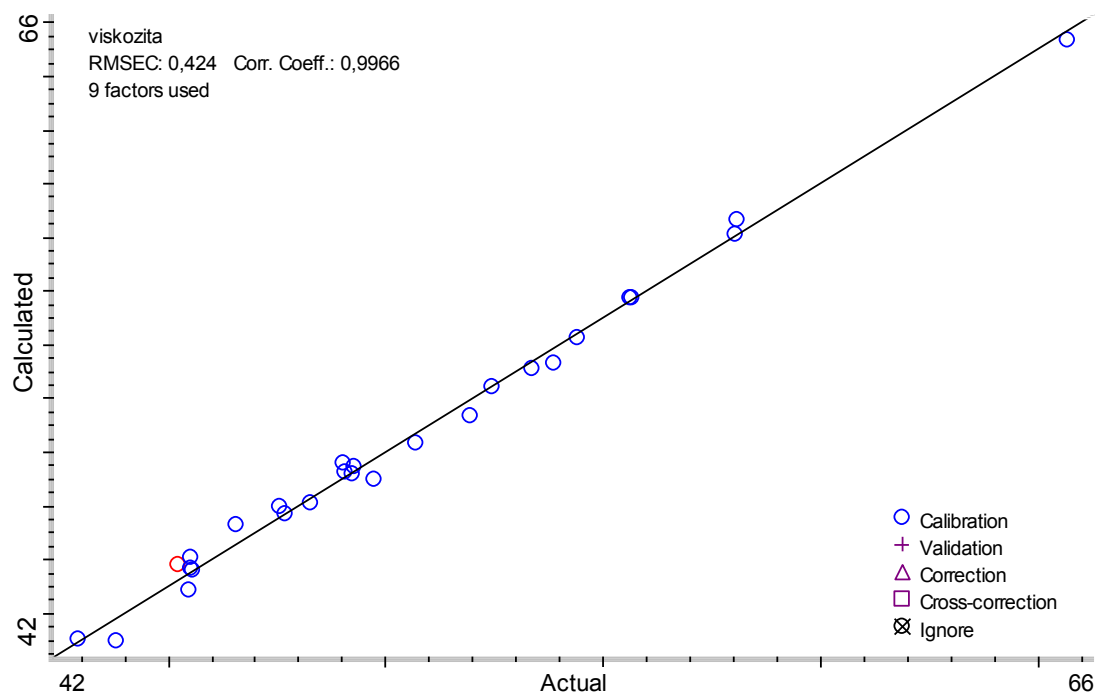
Viskozita při 40°C

Z naměřených spekter celého rozsahu jsme vybrali 3 významná spektra, která software TQ analyst vyhodnotil jako statisticky významná v daných oblastech. U lisu č.27 je ze spektra patrný vyšší obsah vody a vysoké číslo kyselosti. Pro lepší analýzu jsem zkoušel zúžit pásmo, ale nejlepší korelační koeficient je při použití spektra v celém jeho rozsahu.

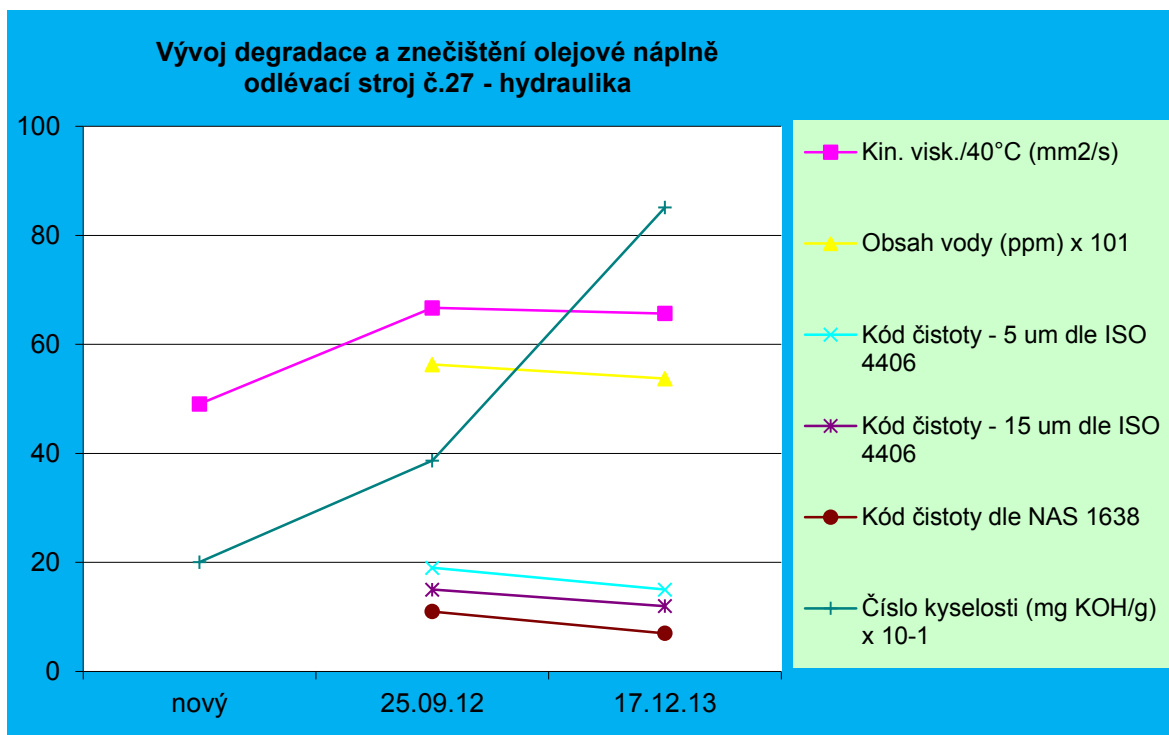
Region $3999 - 653 \text{ cm}^{-1}$



Obr. 5.10 Vybraná spektra použitá pro kalibraci – viskozita při 40°C



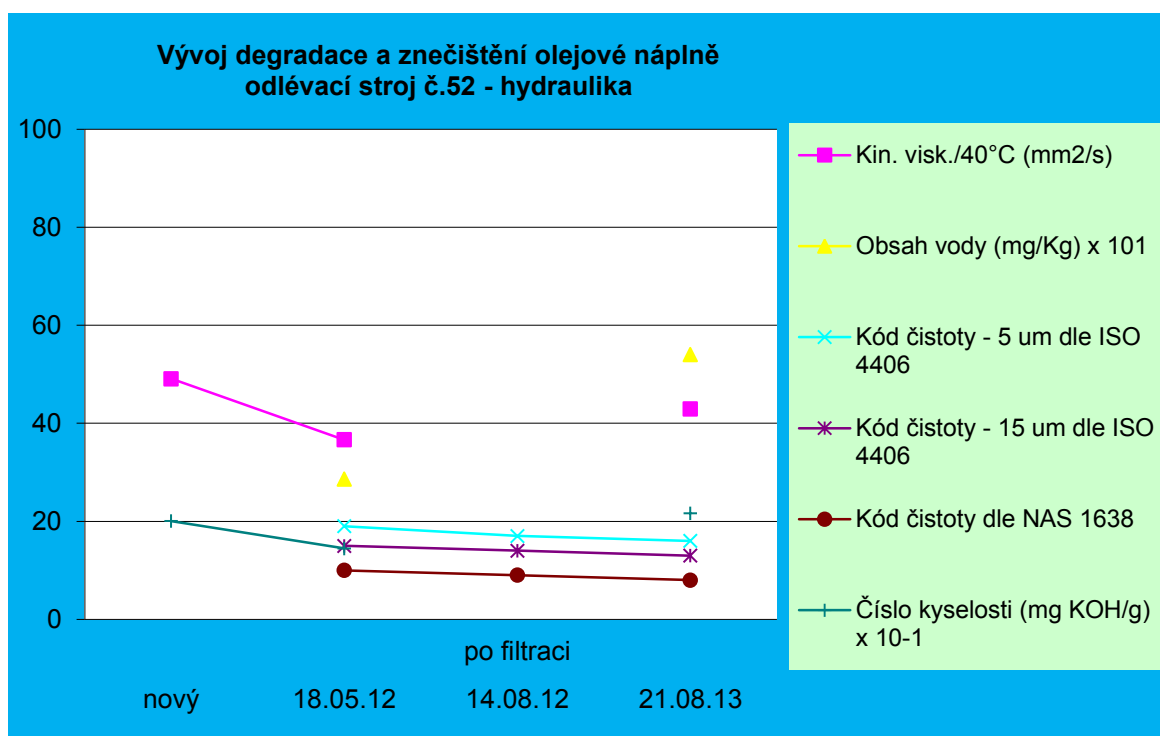
Obr. 5.11 Kalibrace



Obr. 5.12 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

Tab. 4 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

Hydransafe HFDU 46		odlévací stroj č.27		
Datum	Doporučený limit nebo rozsah	nový	25.09.12	17.12.13
Kin. visk./40°C (mm²/s)	nárůst či pokles o max. 15%	49,07	66,70	65,66
Obsah vody (ppm)	max. 500 ppm		563	537
Kód čistoty - 5 µm dle ISO 4406	max. 18		19	15
Kód čistoty - 15 µm dle ISO 4406	max. 15		15	12
Kód čistoty dle NAS 1638	max. 10		11	7
Číslo kyselosti (mg KOH/g)	zvýš. max o 0,2 za 3 měsíce	2,00	3,87	8,51
Barva	změna	žlutá	hnědá	hnědá
Vzhled	změna	čirý	průhledný	průhledný



Obr. 5.13 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

Tab.5 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

Hydransafe HFDU 46; 600 l	Odlévací stroj č. 52				
Datum	Doporučený limit nebo rozsah	nový	18.05.12	14.08.12	21.08.13
		po filtraci			
Kin. visk./40°C (mm ² /s)	nárůst či pokles o max. 15%	49,07	45,62		42,93
Obsah vody (mg/Kg)	max. 500 mg/Kg		114		540
Kód čistoty - 5 um dle ISO 4406	max. 18		21	17	16
Kód čistoty - 15 um dle ISO 4406	max. 15		18	14	13
Kód čistoty dle NAS 1638	max. 10		12	9	8
Číslo kyselosti (mg KOH/g)	zvýš. max o 0,2 za 3 měsíce	2,00	1,66		2,16
Barva	změna	žlutá	žlutá		hnědá
Vzhled	změna	čirý	průhledný		průhledný

Korelační koeficient výsledné kalibrační křivky se jeví jako dostačující. Kalibrace je prostá o odlehlejší body (např. mohlo to způsobit zvýšení viskozity degradací). Jediný odlehlý bod na křivce je olej o viskozitní klasifikaci ISO VG 68, proto je zcela jeho význam v kalibrační křivce neopodstatněný, bylo by třeba případně vytvořit kalibraci pro tento typ oleje. Tento vzorek se dostal do kalibrace desinformací o používaném oleji mezi zákazníkem – poskytovatelem, viz. obr. 5.12. Lze jednoznačně doporučit rozšíření kalibrace o další vzorky při dalších analýzách tohoto typu oleje. Na obr. 5.13 je nejodlehlejší bod (lis č.52) s minimální hodnotou.

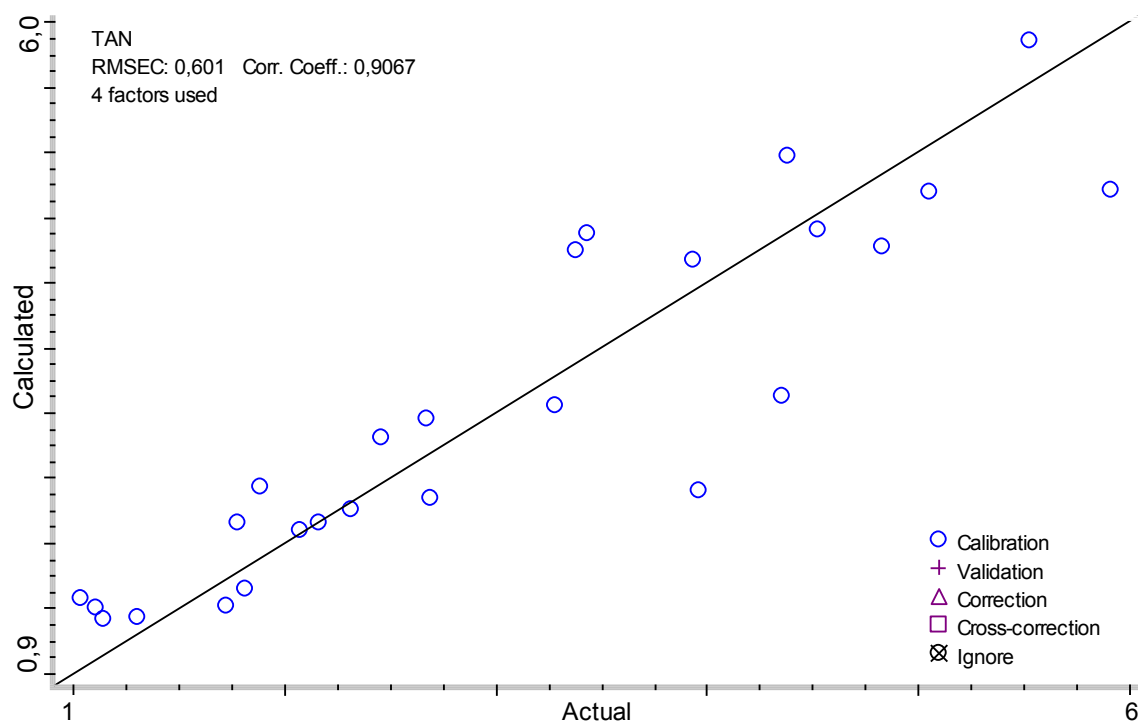
Tab. 6 Standardy oleje Hydransafe HFDU 46 – viskozita při 40°C

Index	Spectrum Title	Usage	Actual	Calculated	Diff. x Path
1	9528 lis 45 hfdu 46	Calibration	45,23	45,8	0,57
2	8460 lis 55 hfdu 46	Calibration	49,02	49,59	0,57
3	5866 lis 28 hfdu 46	Calibration	47,7	47,7	0
4	6838 lis 42 hfdu 46	Calibration	45,51	45,66	0,15
6	8457 lis 52 hfdu 46	Calibration	42,93	43,01	0,08
7	8461 lis 56 hfdu 46	Calibration	55,62	55,77	0,15
8	8458 lis 53 hfdu 46	Calibration	58,03	58,1	0,07
9	8459 lis 54 hfdu 46	Calibration	49,29	49,47	0,18
10	5867 lis 45 hfdu 46	Calibration	43,83	42,95	-0,88
11	7964 lis 47 hfdu 46	Calibration	58,05	58,69	0,64
12	8103 lis 60 hfdu 46	Calibration	48,29	48,13	-0,16
13	8101 lis 58 hfdu 46	Calibration	45,53	46,07	0,54
14	9527 lis 49 hfdu 46	Calibration	49,21	49,19	-0,02
16	8102 lis 59 hfdu 46	Calibration	51,94	51,35	-0,59
17	8100 lis 57 hfdu 46	Calibration	45,48	44,86	-0,62
18	6833 lis 13 hfdu 46	Calibration	52,42	52,42	0
19	7965 lis 48 hfdu 46	Calibration	49,07	49,29	0,22
20	9545 lis 23 hfdu 46	Calibration	55,65	55,76	0,11
21	8456 lis 51 hfdu 46	Calibration	45,58	45,64	0,06
22	9548 lis 26 hfdu 46	Calibration	54,41	54,27	-0,14
23	6238 - 3 HFDU 46	Calibration	50,68	50,36	-0,32
25	9546 lis 24 hfdu 46	Calibration	53,35	53,09	-0,26
26	9539 lis 27 hfdu 46	Calibration	65,66	65,36	-0,3
27	9550 lis 28 hfdu 46	Calibration	47,58	47,98	0,4
28	7966 lis 49 hfdu 46	Calibration	49,71	49	-0,71
29	9531 lis 48 hfdu	Calibration	53,87	53,35	-0,52
30	9529 lis 46 hfdu 46	Calibration	46,55	47,33	0,78

Číslo kyselosti TAN

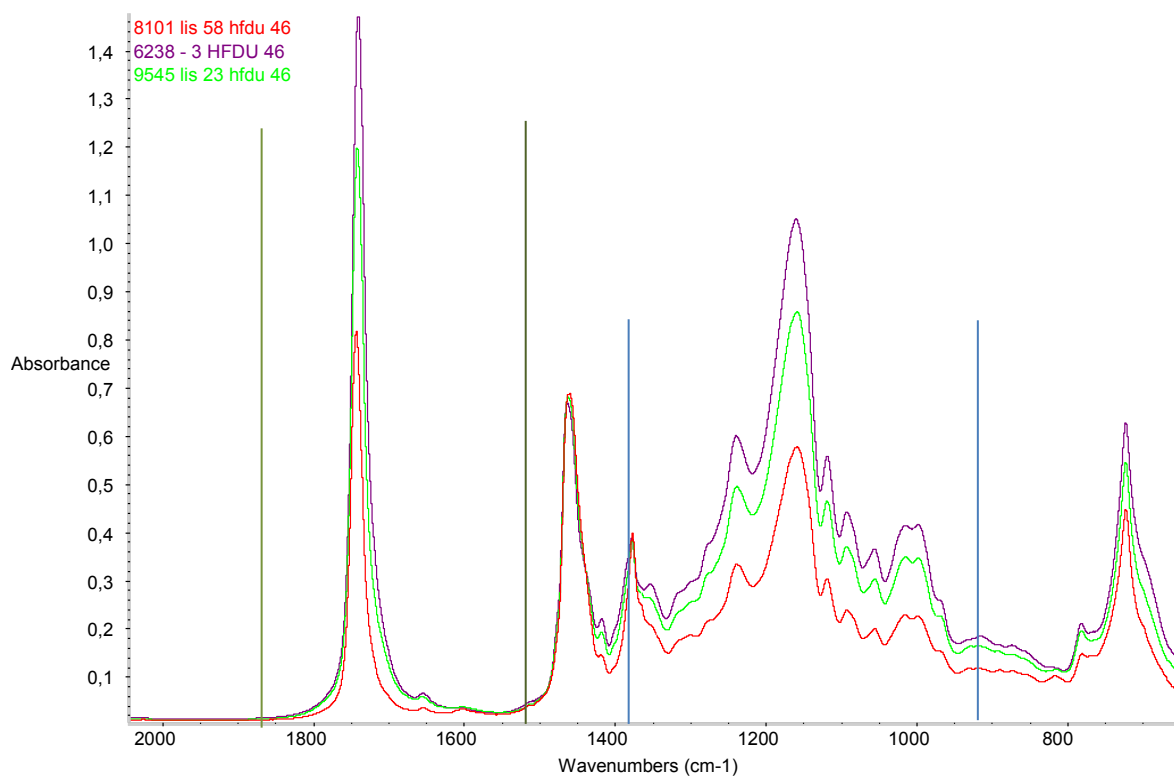
Tab.7 Standardy oleje Hydransafe HFDU 46 – číslo kyselosti

Index	Spectrum Title		Actual	Calculated	Diff.xPath
1	9528 lis 45 hfdu 46	Calibration	5,0563	4,7048	-0,3515
2	8460 lis 55 hfdu 46	Calibration	1,775	2,1519	0,3769
3	5866 lis 28 hfdu 46	Calibration	1,8117	1,6575	-0,1542
4	6838 lis 42 hfdu 46	Calibration	2,3166	2,2661	-0,0505
6	8457 lis 52 hfdu 46	Calibration	2,164	2,1553	-0,0087
7	8461 lis 56 hfdu 46	Calibration	4,3789	4,9694	0,5905
8	8458 lis 53 hfdu 46	Calibration	4,5236	4,4104	-0,1132
9	8459 lis 54 hfdu 46	Calibration	2,4592	2,8075	0,3483
10	5867 lis 45 hfdu 46	Calibration	3,3786	4,2501	0,8715
11	7964 lis 47 hfdu 46	Calibration	5,5255	5,8574	0,3319
12	8103 lis 60 hfdu 46	Calibration	1,2992	1,432	0,1328
13	8101 lis 58 hfdu 46	Calibration	1,032	1,5851	0,5531
14	9527 lis 49 hfdu 46	Calibration	2,6703	2,9606	0,2903
16	8102 lis 59 hfdu 46	Calibration	1,8816	2,4329	0,5513
17	8100 lis 57 hfdu 46	Calibration	1,1402	1,4215	0,2813
18	6833 lis 13 hfdu 46	Calibration	3,9352	4,1796	0,2444
19	7965 lis 48 hfdu 46	Calibration	1,7234	1,524	-0,1994
20	9545 lis 23 hfdu 46	Calibration	5,9127	4,7182	-1,1945
21	8456 lis 51 hfdu 46	Calibration	1,1009	1,5125	0,4116
22	9548 lis 26 hfdu 46	Calibration	4,8321	4,2747	-0,5574
23	6238 - 3 hfdu 46	Calibration	3,4364	4,3848	0,9484
25	9546 lis 24 hfdu 46	Calibration	3,9558	2,4081	-1,5477
27	9550 lis 28 hfdu 46	Calibration	2,0708	2,1077	0,0369
28	7966 lis 49 hfdu 46	Calibration	3,2831	3,0519	-0,2312
29	9531 lis 48 hfdu	Calibration	2,6916	2,3497	-0,3419
30	9529 lis 46 hfdu 46	Calibration	4,3519	3,1329	-1,219

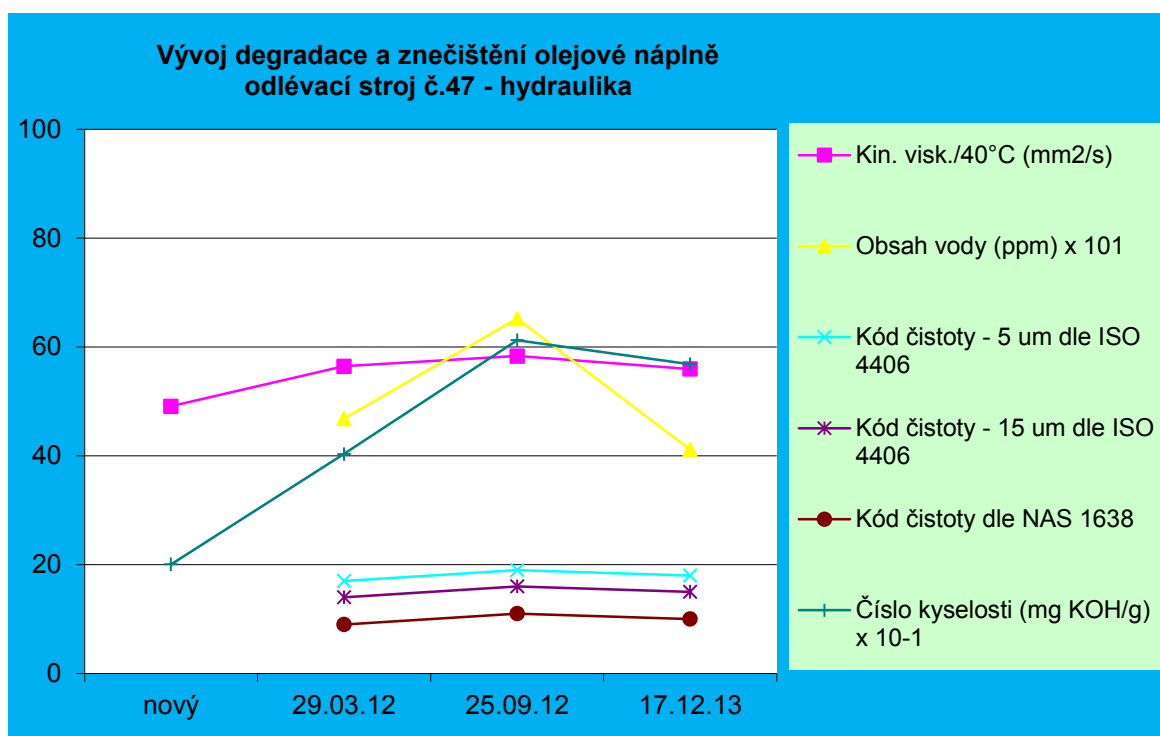


Obr. 5.14 Kalibrace

1. region 1 373,07
925,66
2. region 1 866,76
1 527,35



Obr. 5.15 Vybraná spektra použitá pro kalibraci - číslo kyselosti TAN



Obr. 5.16 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

Tab. 8 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

Hydransafe HFDU 46; 400 l		odlévací stroj č.47 - hydraulika			
Datum	Doporučený limit nebo rozsah	nový	29.03.12	25.09.12	17.12.13
Kin. visk./40°C (mm ² /s)	nárůst či pokles o max. 15%	49,07	56,43	58,31	55,93
Obsah vody (ppm)	max. 500 ppm		468	652	411
Kód čistoty - 5 µm dle ISO 4406	max. 18		17	19	18
Kód čistoty - 15 µm dle ISO 4406	max. 15		14	16	15
Kód čistoty dle NAS 1638	max. 10		9	11	10
Číslo kyselosti (mg KOH/g)	zvýš. max o 0,2 za 3 měsíce	2,00	4,03	6,12	5,68
Barva	změna	žlutá	žlutá	hnědá	hnědá
Vzhled	změna	čirý	průhledný	průhledný	průhledný

Z naměřených spekter celého rozsahu jsme vybrali 3 významná spektra, která software TQ analyst vyhodnotil jako statisticky významná v daných oblastech. Uvedené regiony jsou vyznačeny viz. obr. 5.15.

Nebyla zaznamenána korelace mezi naměřenými spektry a čísly kyselostí analyzovaných vzorků.

5.7.2 Hydraulický olej Fuchs Renolin Hydro HME 46

Používá se pro všechny hydrostatické zařízení, bez ohledu na typ, kde jsou požadované velmi kvalitní hydraulické oleje s vysokou výkonností a maximální spolehlivostí.

Vlastnosti oleje Fuchs Renolin Hydro HME 46

Bod vzplanutí - 225 °C

Kinematická viskozita při 40 °C – 46,2 [mm²/s]

Bod tuhnutí - -27 °C

Hustota při 15 °C – 0,877 [g/cm³]

- vysoká ochrana proti oděru
- dobrá tepelná stálost
- dlouhodobá oxidační stálost
- nízká tvorba úsad
- dlouhá životnost
- nízká pěnivost, výborná odlučivost vzduchu
- vynikající filtrovatelnost- maximální spolehlivost a účinnost [18]

Z testovaných vzorků byl vybrán jeden, u kterého byla provedena i ferografická zkouška. Jedná se o hydraulický lis s pořadovým číslem 126. Tento lis pracuje v neprašném prostředí ve výrobní hale.

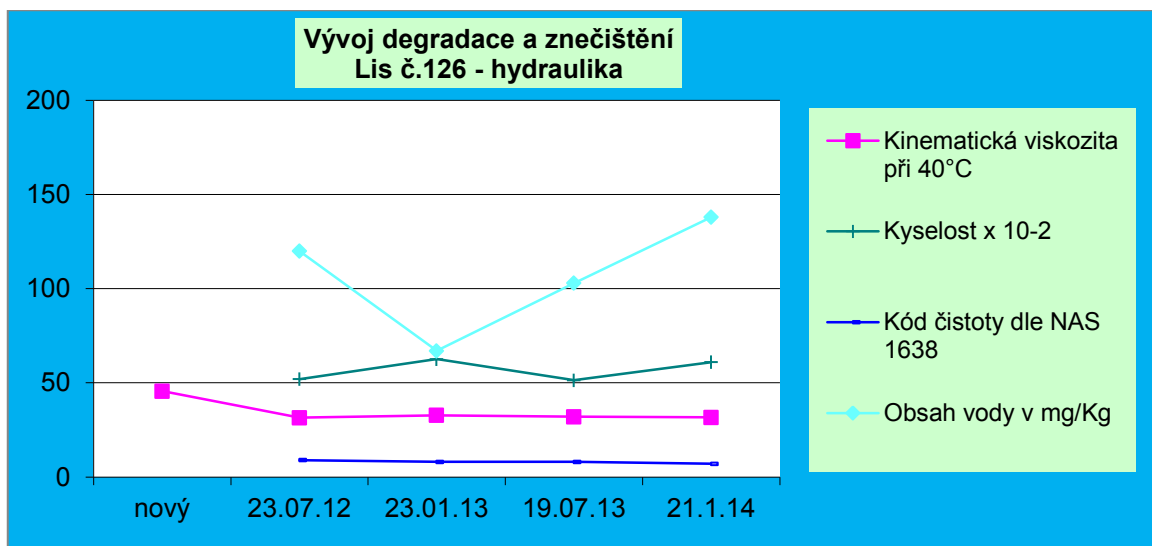
U hydraulických olejů se běžně neprovádí ferografická zkouška, ale zde byla na zvláštní přání zákazníka provedena.

Tab.9 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

Druh oleje Mol Hydro HME 46, 200 litrů	Lis č.126 - hydraulika				
Datum odběru	Doporučené limity	23.7.12	23.1.13	19.7.13	21.1.14
Kinematická viskozita při 40°C	nárůst či pokles o max. 15%	31,52	32,78	31,99	31,68
Kód čistoty ISO 4406, 5-15 mm	max. 18	18	16	17	16
Kód čistoty ISO 4406, nad 15 mm	max. 15	14	13	13	12
Kód čistoty v NAS 1638	max. 10	9	8	8	7
Obsah vody v g/Kgm	max. 500 mg/Kg	120	67	103	138
Kyselost mg KOH/g	zvýš. max. 0,2 za 3 měsíce	0,52	0,63	0,51	0,61
Barva	změna	hnědá	hnědá	hnědá	hnědá
Vzhled	změna	průhledný	průhledný	průhledný	průhledný

Tab.10 Morfologie částic určených pomocí ferografie

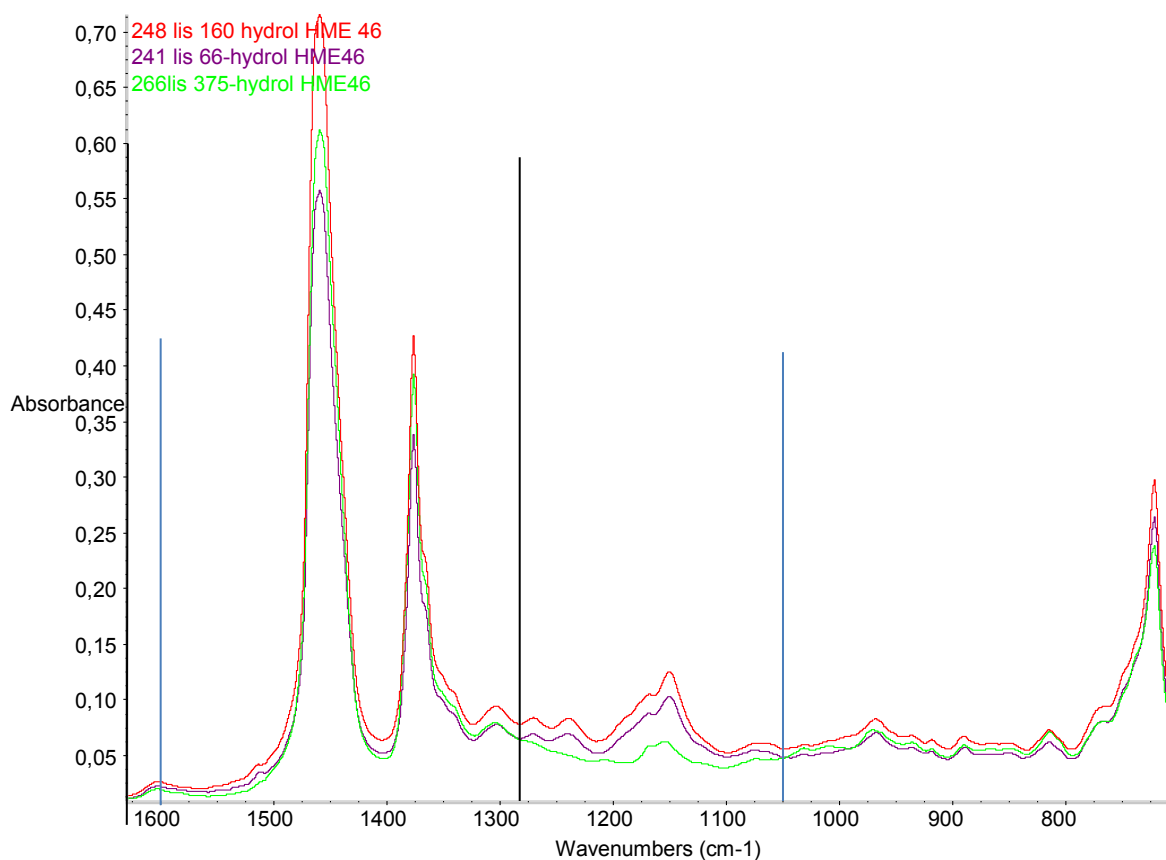
Datum	18.07.11
Havarijní	0,0
Únavové	15,0
Abrazivní	0,0
Adhezivní	0,0
Sférické	10,4
MO	6,8
PDO	0,0
Fe₂O₃	5,6
Fe₃O₄	0,0
Si	6,6
Cu	9,8
Al	0,0
Pb	0,0
Zn a Sn	0,0
Těsnění	0,0



Obr. 5.17 Vývoj degradace a znečištění

Z tabulky vývoje degradace a znečištění je patrný zvýšený obsah vody při posledních 2 měřeních. Množství vody v oleji je méně, než je dovolená hodnota.

Číslo kyselosti TAN



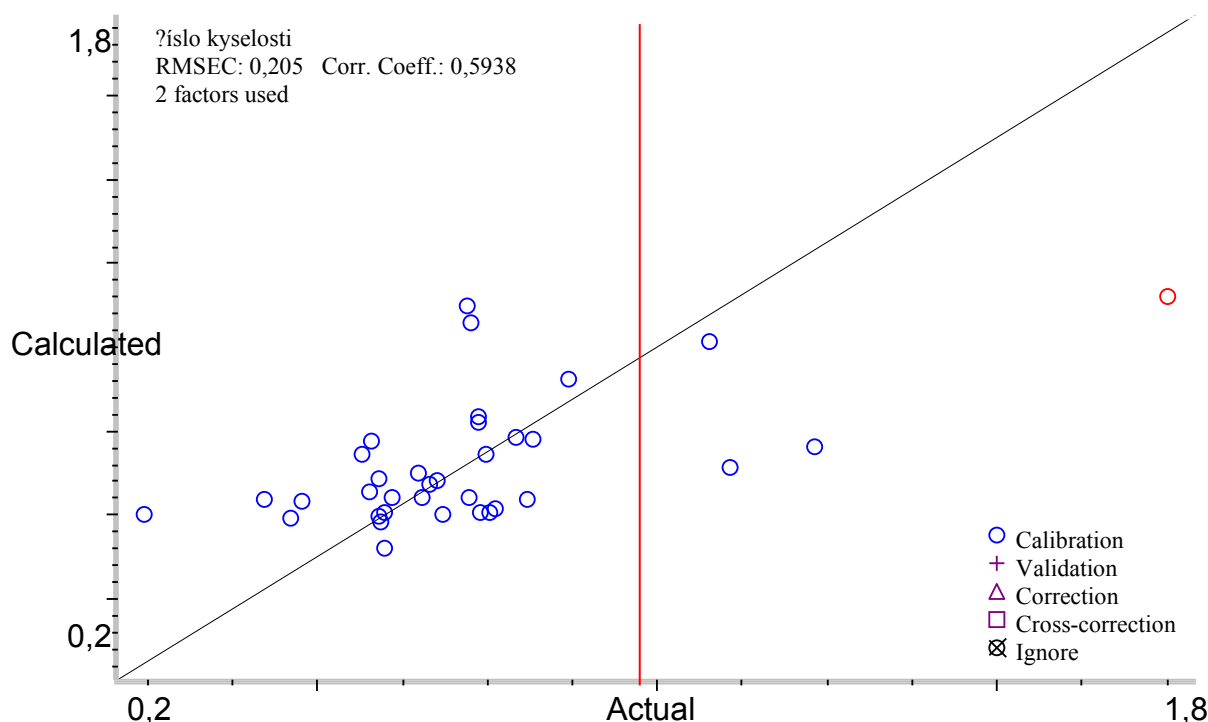
Obr. 5.18 Vybraná spektra použitá pro kalibraci - číslo kyselosti TAN

1.region 1 282,43 2.region 1,762,62
1 051,01 1,658,48

Z naměřených spekter celého rozsahu jsme vybrali 3 významná spektra, která software TQ analyst vyhodnotil jako statisticky významná v daných oblastech. Uvedené regiony jsou vyznačeny viz. obr. 5.18.

Tab.11 Standardy oleje Hydrol HME 46 – číslo kyselosti

Index	Spectrum Title		Actual	Calculated	Diff. x Path
1	243 lis 371 hydrol HME 46	Calibration	0,5977	0,606	0,0083
2	244 lis125 hydrol HME46	Calibration	0,6654	0,6716	0,0062
3	259 lis 239 hydrol HME 46	Calibration	1,106	0,714	-0,392
4	269 lis 479 Hydrol HME 46	Calibration	0,4222	0,6372	0,215
5	270 lis 425 hydrol HME46	Calibration	0,8097	0,638	-0,1717
6	267 lis 376 hydrol HME46	Calibration	0,4773	0,6318	0,1545
7	256 lis 228 hydrol HME46	Calibration	0,653	0,6417	-0,0113
8	268 lis 422 hydrol HME 46	Calibration	0,7218	0,6424	-0,0794
9	257 lis 233 hydrol HME 46	Calibration	0,5899	0,688	0,0981
10	245 lis 126 hydrol HME46	Calibration	0,6099	0,6409	0,031
11	246 lis 127 hydrol HME46	Calibration	0,6761	0,6843	0,0082
12	247 lis 134 hydrol HME46	Calibration	0,5773	0,6556	0,0783
13	240 lis 65 hydrol HME46	Calibration	0,5658	0,7462	0,1804
14	241 lis 66 hydrol HME46	Calibration	1,0762	1,0134	-0,0628
15	252 lis 223 hydrol HME46	Calibration	0,5981	0,5196	-0,0785
16	264 lis 316 hydrol HME46	Calibration	0,736	0,8341	0,0981
17	253 lis 224 hydrol HME46	Calibration	0,4618	0,5913	0,1295
18	242 lis 67 hydrol HME 46	Calibration	0,6474	0,6979	0,0505
19	254 lis 226 hydrol HME46	Calibration	0,6857	0,602	-0,0838
20	265 lis 372 hydrol HME 46	Calibration	0,5942	0,5851	-0,0091
21	258 lis 247 hydrol HME46	Calibration	0,7608	0,6129	-0,1479
22	255 lis 227 hydrol HME46	Calibration	0,8704	0,924	0,0536
23	266 lis 375 hydrol HME46	Calibration	0,2446	0,6026	0,358
24	236 lis 48 hydrol HME46	Calibration	1,2303	0,7638	-0,4665
25	237 lis 49 hydrol HME46	Calibration	0,7404	0,6073	-0,1331
26	260 lis 244 hydrol HME46	Calibration	0,5792	0,7742	0,195
27	249 lis 191 hydrol HME46	Calibration	0,5897	0,5976	0,0079
28	250 lis 206 hydrol HME46	Calibration	0,7193	1,0968	0,3775
29	261 lis 253 hydrol HME46	Calibration	0,7489	0,7444	-0,0045
30	262 lis 275 hydrol HME46	Calibration	0,8171	0,7787	-0,0384
31	238 lis 50 hydrol HME 46	Calibration	0,7533	0,6039	-0,1494
32	239 lis 64 hydrol HME 46	Calibration	0,7925	0,7843	-0,0082
33	251 lis 208 hydrol HME 46	Calibration	0,7259	1,057	0,3311
34	263 lis 225 hydrol HME 46	Calibration	0,7362	0,8231	0,0869
35	248 lis 160 hydrol HME 46	Calibration	1,7515	1,1198	-0,6317



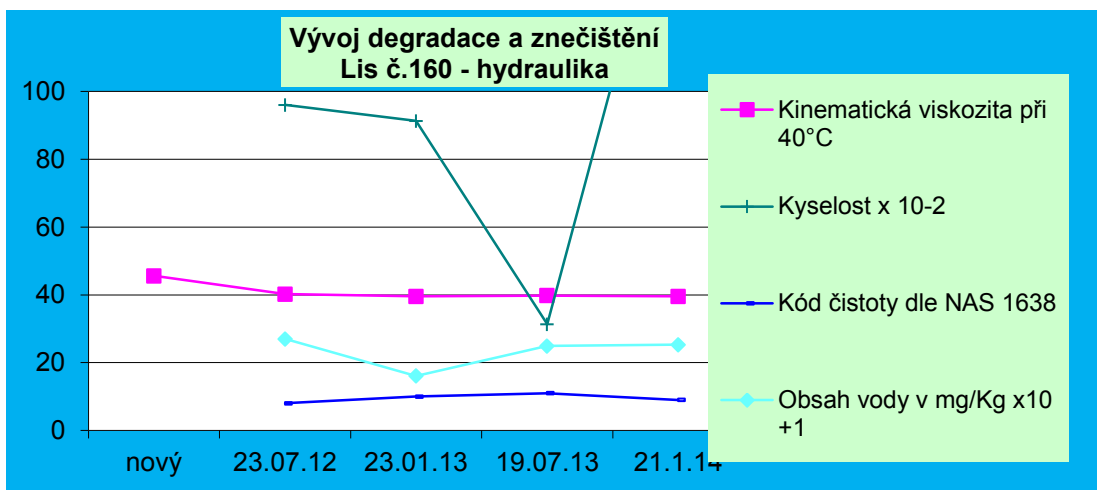
Obr. 5.19 Kalibrace

Korelační koeficient výsledné kalibrační křivky není dostačující. Kalibrace je prostá o odlehlejší body (např. mohlo to způsobit zvýšení viskozity degradací). Jediný odlehlý bod na křivce je olej (lis č.160) ten je nejspíše degradován pryskyřicemi a zde nezbývá nic jiného, než olej neprodleně vyměnit viz. obr. 5.20. Další 3 vzorky odlehlé od většiny vzorků s indexem 3,14,24 (označeny v tab.9 červenou barvou a v obr. 5.19 odděleny od ostatních) bude nutno vyměnit, kvůli zvýšené kyselosti.

Nebyla zaznamenána korelace mezi naměřenými spektry a čísly kyselosti analyzovaných vzorků.

Tab. 12 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

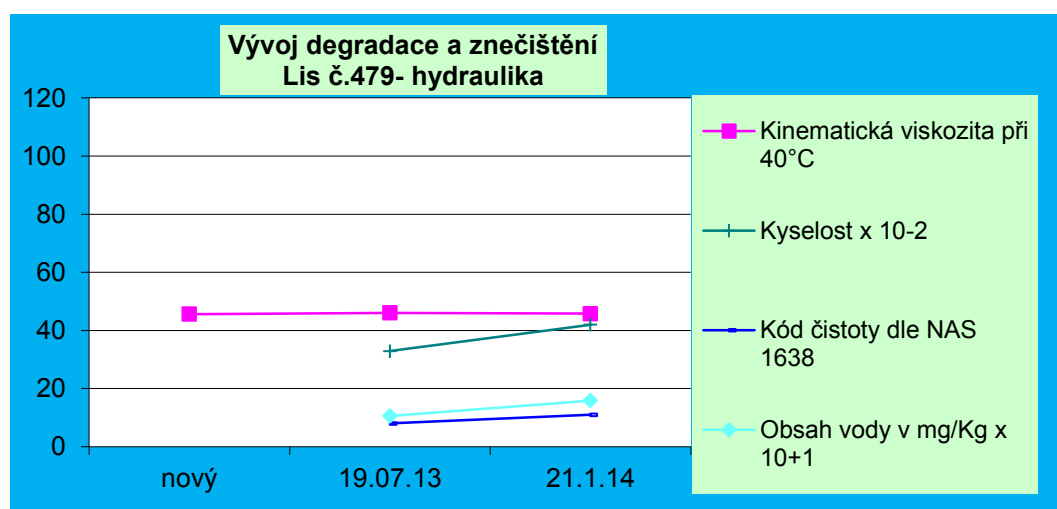
Druh oleje Mol Hydro HME 46, 150 litrů lis č.160				
Datum odběru	Doporučené limity	23.1.13	19.7.13	21.1.14
Kin. viskozita při 40°C	nárůst či pokles o max. 15%	39,58	39,8	39,56
Kód čistoty ISO 4406, 5-15 mm	max. 18	18	19	17
Kód čistoty ISO 4406, nad 15 mm	max. 15	14	16	14
Kód čistoty v NAS 1638	max. 10	10	11	9
Obsah vody v mg/Kg	max. 500 mg/Kg	161	249	253
Kyselost mg KOH/g	zvýš. max. 0,2 za 3 měsíce	0,91	0,61	1,75
Barva	změna	hnědá	hnědá	hnědá
Vzhled	změna	průhledný	průhledný	průhledný



Obr. 5.20 Vývoj degradace a znečištění – lis č.160

Tab. 13 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

Druh oleje Mol Hydro HME 46, 50 litrů		Lis č.479		
Datum odběru	Doporučené limity	nový olej	19.7.13	21.1.14
Kinematická viskozita při 40°C	nárůst či pokles o max. 15%	46,20	46,03	45,78
Kód čistoty ISO 4406, 5-15 mm	max. 18		16	19
Kód čistoty ISO 4406, nad 15 mm	max. 15		13	16
Kód čistoty v NAS 1638	max. 10		8	11
Obsah vody v mg/Kg	max. 500 mg/Kg		106	159
Kyselost mg KOH/g	zvýš. max. 0,2 za 3 měsíce		0,33	0,42
Barva	změna	sv.žlutá	sv.žlutá	sv.žlutá
Vzhled	změna	čirý	průhledný	průhledný



Obr. 5.21 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

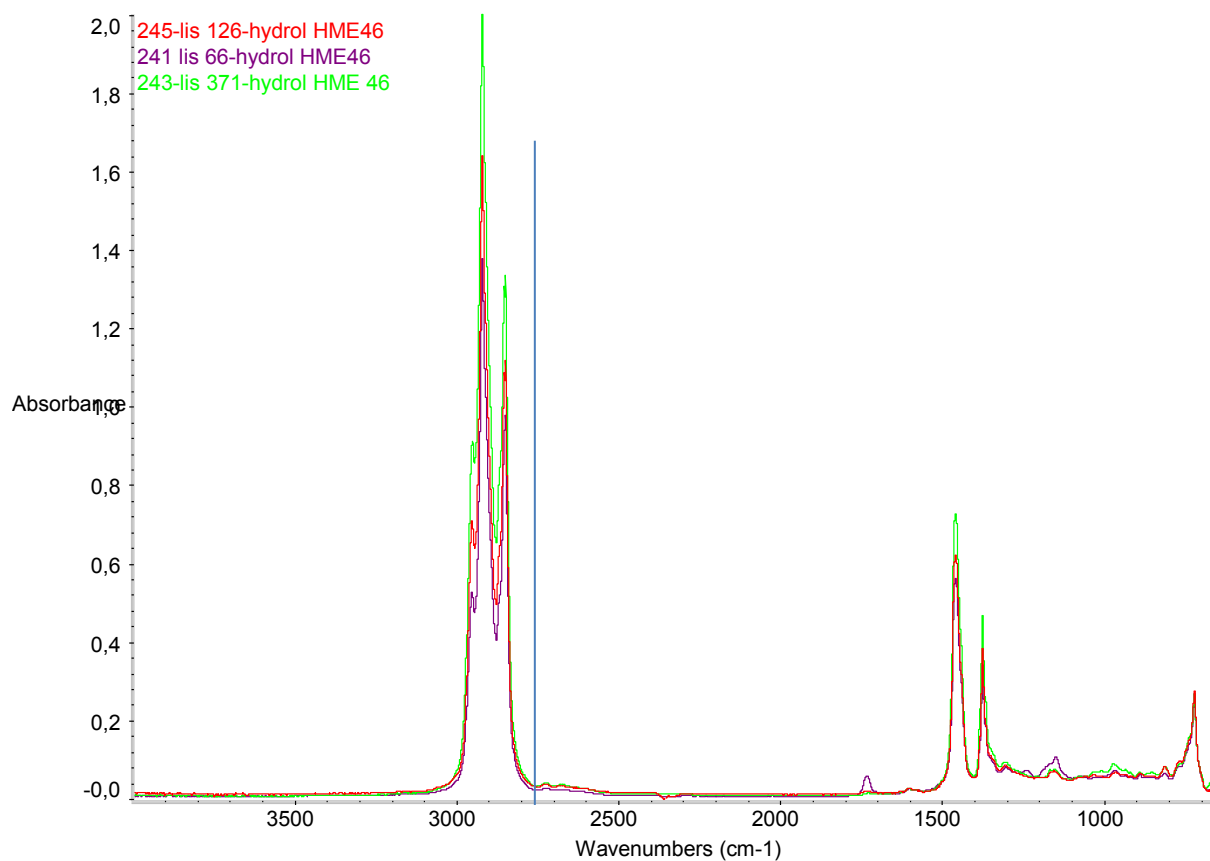
Viskozita při 40°C

Tab.14 Standardy oleje Hydrol HME 46 – viskozita při 40°C

Index	File Name	Usage	Actual	Calculated	Diff. X Path
1	243-lis 371hydrol hme 46	Calibration	48,98	46,17	-2,81
2	244-lis125-hydrol hme46	Calibration	33,77	32,44	-1,33
3	259-lis 239 hydrolhme 46	Calibration	48,68	49,27	0,59
4	269-lis 479 hydrol hme4	Calibration	45,73	46,42	0,69
5	270-lis 425 hydrol hme46	Calibration	45,77	44,68	-1,09
6	267 –lis 376 hydrolhme46	Calibration	44,77	45,63	0,86
7	256 –lis 228 hydrolhme46	Calibration	45,91	45,04	-0,87
9	257lis-hydrol hme 46-233	Calibration	45,49	44,28	-1,21
10	245-lis 126-hydrol hme46	Calibration	31,68	33,34	1,66
11	246-lis 127-hydrol hme46	Calibration	33,62	34,65	1,03
12	247-lis 134-hydrol hme46	Calibration	45,13	45,99	0,86
13	240 lis 65-hydrol hme46	Calibration	44,58	43,06	-1,52
14	241 lis 66-hydrol hme46	Calibration	40,23	39,64	-0,59
15	252-lis 223-hydrol hme46	Calibration	45,23	45,17	-0,06
17	253-lis 224-hydrol hme46	Calibration	45,89	45,86	-0,03
18	242lis 67-hydrol hme 46	Calibration	47,99	44,22	-3,77
19	254lis 226-hydrol hme46	Calibration	45,15	45,85	0,7
20	265lis 372-hydrol hme46	Calibration	45,87	46,98	1,11
21	258lis 247-hydrol hme46	Calibration	44,35	44,25	-0,1
22	255lis 227-hydrol hme46	Calibration	44,91	45,07	0,16
23	266lis 375-hydrol hme46	Calibration	45,67	45,9	0,23
24	236lis 48-hydrol hme46	Calibration	44,33	43,9	-0,43
25	237lis 49-hydrol hme46	Calibration	45,01	45,73	0,72
26	260lis 244-hydrol hme46	Calibration	36,79	37,13	0,34
27	249lis 191-hydrol hme46	Calibration	45,32	46,88	1,56
28	250lis 206-hydrol hme46	Calibration	44,37	44,11	-0,26
29	261lis 253-hydrol hme46	Calibration	42,75	43,36	0,61
30	262lis 275-hydrol hme46	Calibration	44,33	45,91	1,58
31	238 lis 50 hydrol hme 46	Calibration	45,76	45,09	-0,67
32	239 lis 64 hydrol hme 46	Calibration	42,63	43,54	0,91
33	251 lis 208 hydrol hme 46	Calibration	42,35	43,3	0,95
34	263 lis 225 hydrol hme 46	Calibration	43,89	44,01	0,12
35	248 lis 160 hydrol hme 46	Calibration	39,56	39,63	0,07

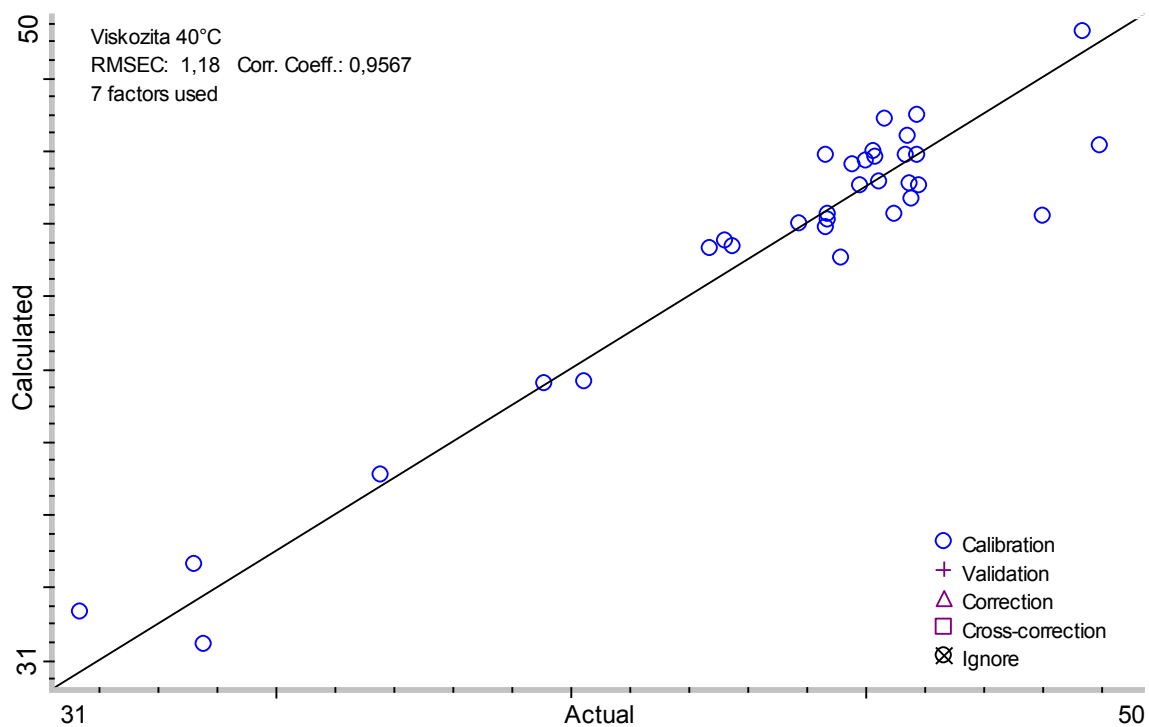
Region 2 768,91 – 667,95

Tento region je vyznačen viz. obr. 5.15.



Obr. 5.22 Vybraná spektra použitá pro kalibraci – viskozita při 40°C

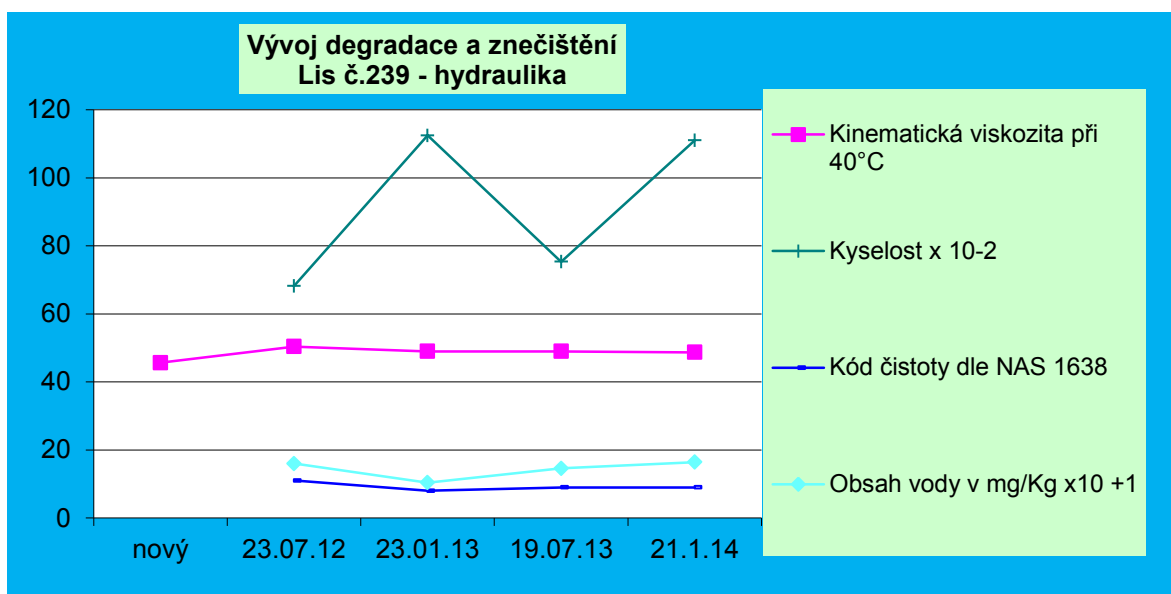
Z naměřených spekter celého rozsahu jsme vybrali 3 významná spektra, která software TQ analyst vyhodnotil jako statisticky významná v daných oblastech.



Obr 5.23 Kalibrace

Tab. 15 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

Druh oleje Mol Hydro HME 46, 200 litrů		Lis č.239			
Datum odběru	Doporučené limity	nový olej	23.1.13	19.7.13	21.1.14
Kinematická viskozita při 40°C	nárůst či pokles o max. 15%	46,20	48,98	49	48,68
Kód čistoty ISO 4406, 5-15 mm	max. 18		16	17	17
Kód čistoty ISO 4406, nad 15 mm	max. 15		13	14	14
Kód čistoty v NAS 1638	max. 10		8	9	9
Obsah vody v mg/Kg	max. 500 mg/Kg		104	146	164
Kyselost mg KOH/g	zvýš. max. 0,2 za 3 měsíce		1,12	0,75	1,11
Barva	změna	sv.žlutá	hnědá	hnědá	hnědá
Vzhled	změna	čirý	průhledný	průhledný	průhledný



Obr. 5.23 Vývoj degradace a znečištění olejové náplně

6 Závěr

Hlavní náplní této diplomové práce byla původně analýza hydraulických olejů Fuchs Renolin Hydrol HME 46 a Total Hydransafe HFDU 46 pomocí infračerveného spektrometru Avatar Nicolet 320 a počítačového softwaru Omnic. Dále byly zpracovány naměřené údaje pomocí chemometrického programu TQ Analyst pro kalibrační a rozptylové modely viskozity při 40°C a čísla kyselosti. V průběhu této práce jsme se rozhodli s mým konzultantem, že by bylo dobré provést i další měření vhodná pro hydraulické oleje. Diplomovou práci jsem tedy rozšířil o praktická měření - kinematické viskozity při 40°C dle ČSN EN ISO 3104, číslo kyselosti dle ČSN ISO 6618, obsah vody coulometricky dle ČSN 65 0330, ISO 760 a kód čistoty dle ČSN EN 4406/87. Také jsem si vyzkoušel sestavování ferografů a jejich následné mikroskopické vyhodnocení.

Z naměřených kalibračních modelů nemá vypovídací hodnotu pouze spektrum oleje Hydrol HME – číslo kyselosti TAN. Jeho korelační koeficient dosahuje hodnoty 0,5938, což je velmi daleko od doporučené minimální přípustné hodnoty 0,9. Zbylé kalibrační modely také nejsou zcela dokonalé, do těchto kalibrací byly totiž zahrnuty i vzorky olejů s rozdílnou viskozitní klasifikací.

Díky analýze výše uvedených vzorků, bylo rozpoznáno několik dalšího provozu neschopných hydraulických olejů. U znečištěných olejů doporučuji filtraci, u olejů s větší degradací neprodlenou výměnu. U měření čísla kyselosti oleje HFDU 46 byla vyhodnocena většina vzorků jako neprovozuschopných. Provozovatel ovšem odmítá výměnu olejů a nadále je provozuje. Při dalším provozování ovšem hrozí, že olej bude působit na části hydraulického obvodu (zejména na ložiskové materiály) korozivně a tím může dojít v krajním případě až k havárii stroje.

Prováděl jsem všechna tyto měření v laboratoři za dohledu laborantky. Díky této diplomové práci jsem si prošel všemi pracovišti laboratoře firmy ESOS s.r.o. Ostrava, vyzkoušel odběr vzorku a naučil se pracovat s počítačovým softwarem Omnic.

Cíle diplomové práce tedy byly splněny, pro přesnější a objektivnější výsledky by bylo třeba více vzorků hydraulických olejů ke sledování a hodnocení těchto olejů v čase.

Poděkování

Rád bych touto cestou poděkoval vedoucímu mé diplomové práce Ing. Ladislavu Hrabcovi Ph.D za cenné rady, trpělivost a věnovaný čas při psaní diplomové práce. Dále děkuji za spolupráci mému konzultantovi Mgr. Vítu Šebestovi za poskytnuté informace a věnovaný čas. Také bych dále rád poděkoval zaměstnancům laboratoře firmy ESOS s.r.o. v Ostravě za spolupráci.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] KOPÁČEK, Jaroslav. *Hydrostatické převodové mechanismy*. Praha: SNTL, 1986, 272s.
- [2] ZEMĚDĚLSKÉ STROJE A ZAŘÍZENÍ. *Hydraulický obvod* [online]. [cit. 2014-05-01]. Dostupné z [www: <http://www.zsz.wbs.cz/>](http://www.zsz.wbs.cz/).
- [3] MELICHAR, Jan. *Hydraulické stroje: konstrukce a provoz*. 1. vyd. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2002, 378 s. ISBN 80-010-2657-4.
- [4] OLEJE. *Klasifikace minerálních olejů* [online]. [cit. 2014-05-01]. Dostupné z [www: <http://www.oleje.cz/clanek/Vykonova-klasifikace-prumyslovych-maziv>](http://www.oleje.cz/clanek/Vykonova-klasifikace-prumyslovych-maziv).
- [5] PAVLOK, Bohuslav. *Hydraulické prvky a systémy*. 2. vyd. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2005, 154 s. ISBN 978-80-248-0857-4.
- [6] HELEBRANT, František; ZIEGLER Jiří a Daniela MARASOVÁ. *Technická diagnostika a spolehlivost*. 1. vyd. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2001, 155 s. ISBN 80-707-8883-6.
- [7] JAMRICHOVÁ Zuzana.; STODOLA Jiří. a Petr STODOLA. *Diagnostika strojov a Zariadení*. 1. vyd. Žilina: EDIS, 2011, 281 s. ISBN 978-80-554-0385-4.
- [8] HRABEC, Ladislav. *Tribologie a tribotechnika*. (přednášky) Ostrava, 2008
- [9] ARGO HYTOS. *Hydraulické filtry* [online]. [cit. 2014-05-01]. Dostupné z [www: <http://kdfilter.cz/produkty/hydraulicke-filtry-argo-hytos/argo-hytos-ls-025-152/41/>](http://kdfilter.cz/produkty/hydraulicke-filtry-argo-hytos/argo-hytos-ls-025-152/41/).
- [10] TEGAMO. *Filtrace olejů* [online]. [cit. 2014-05-01]. Dostupné z [www: <http://www.tegamo.cz/cisteni-a-filtrace-oleju-13.html>](http://www.tegamo.cz/cisteni-a-filtrace-oleju-13.html).
- [11] NIEMCZYK, Karel. *Tribotechnika a spolehlivost: technická diagnostika strojov a strojnych zariadení : Zlín, Interhotel MOSKVA 1. - 2.2. 1995 : zborník přednášok*. S.l.: [s.n.], 1995, 279 s. ISBN 80-713-5047-8.
- [12] VCSHT. *Elektromagnetické spektrum* [online]. [cit. 2014-05-01]. Dostupné z [www: <http://www.vscht.cz/anl/lach1/7_IC.pdf>](http://www.vscht.cz/anl/lach1/7_IC.pdf).
- [13] IČ PRAKTIKA. *Rozebíratelná kapalinová kyveta* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z [www: <http://web.natur.cuni.cz/analchem/pprakt/ftir.pdf>](http://web.natur.cuni.cz/analchem/pprakt/ftir.pdf).
- [14] KAŠPÁREK, Vít. *Charakterizace a syntéza sloučenin na bázi lanthanidocenu: Bakalářská práce* [online]. Brno: VÚT, Fakulta chemická, 2011.69s. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z [www: <https://dspace.vutbr.cz/xmlui/bitstream/handle/11012/7747/bc_kasperek.pdf?sequence=1>](https://dspace.vutbr.cz/xmlui/bitstream/handle/11012/7747/bc_kasperek.pdf?sequence=1).

- [15] TTP *Michelsonův interferometr* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z www: http://tp.zcu.cz/files/pdf/skripta_kap3_irspektrometrie.pdf.
- [16] Podklady firmy ESOS s.r.o. Ostrava
- [17] OLEJE TOTAL *Total hydransafe hfdu 46* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z www: <http://www.oleje-total.cz/prumyslove-oleje-a-maziva/hydraulicke-oleje/tezkozapalne-kapaliny/total-hydransafe-hfdu-46-208l>.
- [18] OLEJE A MAZIVA. *Mol hydro HME 46* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z www: <http://www.weldexpert.sk/kategoria/oleje-a-maziva-slovnaft/hydraulicke-oleje/mol-hydro-hme-46-vysokovykonny-hydraulicky-olej/>.
- [19] BAROŠKA, Ján. *Hydrostatické mechanizmy*. Žilina: Hydropneutech, 2012, 388 s. ISBN 978-80-970-89726.
- [20] BDL. *Viskozimetr ubbelohde* [online]. [cit. 2014-05-11]. Dostupné z www: <http://www.bdl-cee.com/viskozimetr-ubbelohde-skleneny-kinematicky>.
- [21] MANG, Theo, Kirsten BOBZIN a Thorsten BARTELS. *Industrial tribology: tribosystems, friction, wear and surface engineering, lubrication*. Weinheim: Wiley-VCH, c2011, xxvii, 644 s. ISBN 978-3-527-32057-8.
- [22] ŠAFR, Emil. *Technika mazání*. 2.dopl.vydání, Praha : SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1970, 381 s. 04-010-70

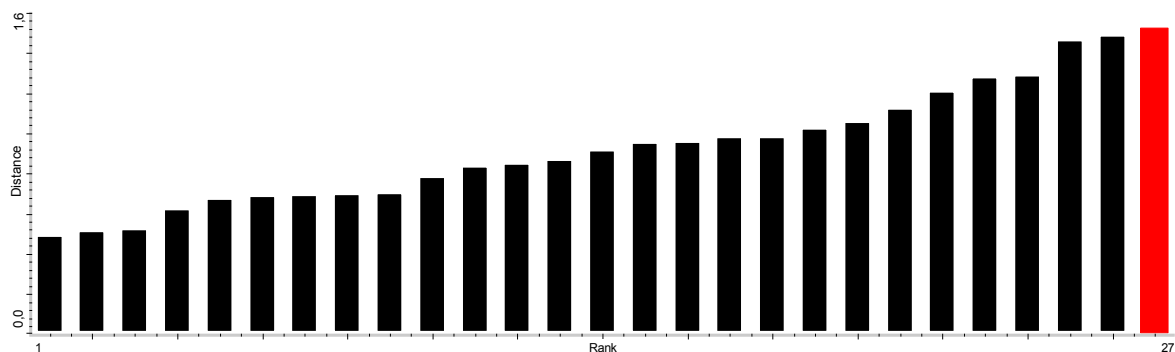
Seznam příloh

- Příloha I – Olej Hydransafe HFDU 46 – viskozita při 40°C
- Příloha II – Olej Hydransafe HFDU 46 – číslo kyselosti TAN
- Příloha III – Olej Fuchs Renolin Hydro HME 46 – viskozita při 40°C
- Příloha IV – Olej Fuchs Renolin Hydro HME 46 – číslo kyselosti TAN
- Příloha V – Laboratoř firmy ESOS s.r.o. Ostrava

Příloha I – Olej Hydransafe HFDU 46 – viskozita při 40°C

Tab.1 Seznam standardů

Index	Spectrum Title	Rank	Distance
18	6833 lis 13 hfdu 46	27	1,526
6	8457 lis 52 hfdu 46	26	1,491
21	8456 lis 51 hfdu 46	25	1,47
19	7965 lis 48 hfdu 46	24	1,292
3	5866 lis 28 hfdu 46	23	1,283
25	9546 lis 24 hfdu 46	22	1,213
8	8458 lis 53 hfdu 46	21	1,129
26	9539 lis 27 hfdu 46	20	1,06
16	8102 lis 59 hfdu 46	19	1,028
20	9545 lis 23 hfdu 46	18	0,987
12	8103 lis 60 hfdu 46	17	0,986
1	9528 lis 45 hfdu 46	16	0,964
10	5867 lis 45 hfdu 46	15	0,956
4	6838 lis 42 hfdu 46	14	0,919
17	8100 lis 57 hfdu 46	13	0,872
28	7966 lis 49 hfdu 46	12	0,853
22	9548 lis 26 hfdu 46	11	0,841
29	9531 lis 48 hfdu 46	10	0,785
2	8460 lis 55 hfdu 46	9	0,706
27	9550 lis 28 hfdu 46	8	0,703
13	8101 lis 58 hfdu 46	7	0,697
30	9529 lis 46 hfdu 46	6	0,694
11	7964 lis 47 hfdu 46	5	0,68
23	6238 – 3 hfdu 46	4	0,625
9	8459 lis 54 hfdu 46	3	0,528
14	9527 lis 49 hfdu 46	2	0,516
7	8461 lis 56 hfdu 46	1	0,496

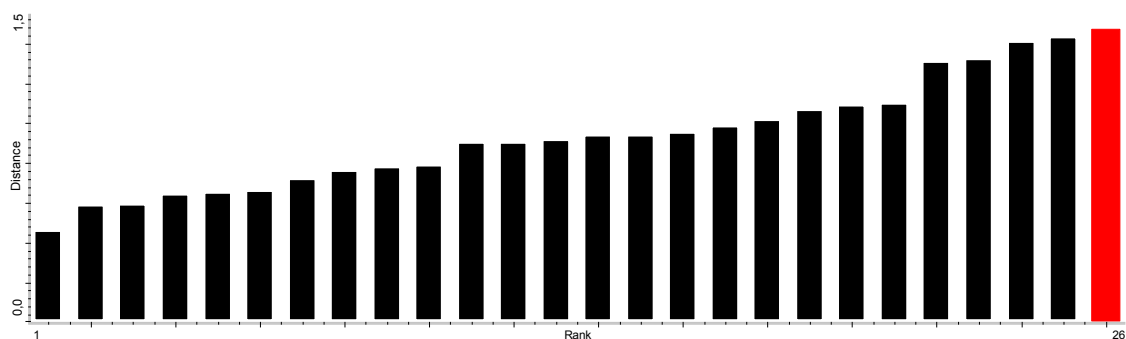


Obr. 1 Sloupcový graf odlehlostí bodů kalibrace

Příloha II – Olej Hydransafe HFDU 46 – číslo kyselosti TAN

Tab.2 Seznam standardů

Index	Spectrum Title	Rank	Distance
19	7965 lis 48 hfdu 46	26	1,473
21	8456 lis 51 hfdu 46	25	1,436
6	8457 lis 52 hfdu 46	24	1,413
18	6833 lis 13 hfdu 46	23	1,327
3	5866 lis 28 hfdu 46	22	1,311
8	8458 lis 53 hfdu 46	21	1,104
16	8102 lis 59 hfdu 46	20	1,092
10	5867 lis 45 hfdu 46	19	1,071
12	8103 lis 60 hfdu 46	18	1,019
2	8460 lis 55 hfdu 46	17	0,987
25	9546 lis 24 hfdu 46	16	0,957
1	9528 lis 45 hfdu 46	15	0,943
4	6838 lis 42 hfdu 46	14	0,941
20	9545 lis 23 hfdu 46	13	0,92
29	9531 lis 48 hfdu 46	12	0,905
11	7964 lis 47 hfdu 46	11	0,904
22	9548 lis 26 hfdu 46	10	0,793
17	8100 lis 57 hfdu 46	9	0,781
13	8101 lis 58 hfdu 46	8	0,764
7	8461 lis 56 hfdu 46	7	0,722
28	7966 lis 49 hfdu 46	6	0,663
27	9550 lis 28 hfdu 46	5	0,654
30	9529 lis 46 hfdu 46	4	0,647
14	9527 lis 49 hfdu 46	3	0,595
9	8459 lis 54 hfdu 46	2	0,591
23	6238 - 3 hfdu 46	1	0,464

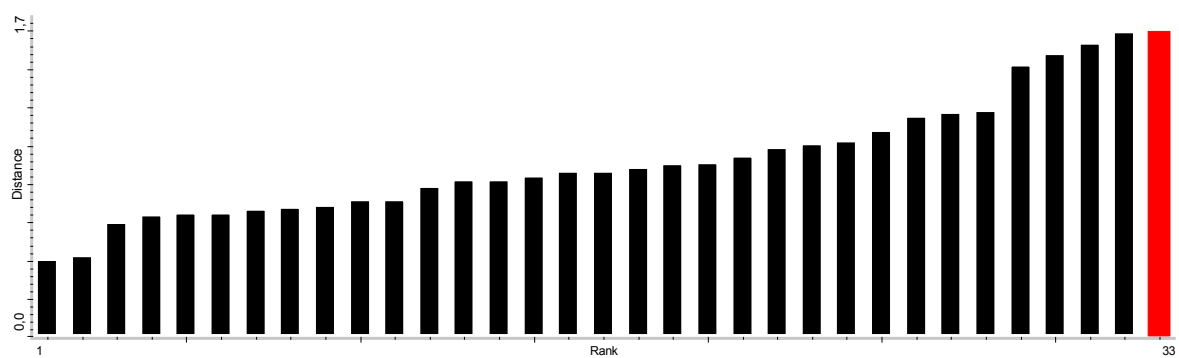


Obr. 2 Sloupcový graf odlehých bodů kalibrace

Příloha III – Olej Fuchs Renolin Hydro HME 46 – viskozita při 40°C

Tab.3 Seznam standardů

Index	Spectrum Title	Rank	Distance
7	256 - lis 228 hydrol HME46	33	1,599
34	263 lis 225 hydrol HME 46	32	1,595
26	260lis 244-hydrol HME46	31	1,538
3	259-lis 239 hydrol HME 46	30	1,481
15	252-lis 223-hydrol HME46	29	1,426
9	257lis-hydrol HME 46-233	28	1,184
4	269- 479 Hydrool HME 46	27	1,177
10	245-lis 126-hydrol HME46	26	1,155
12	247-lis 134-hydrol HME46	25	1,084
14	241 lis 66-hydrol HME46	24	1,029
2	244-lis125-hydrol HME46	23	1,014
11	246-lis 127-hydrol HME46	22	0,991
28	250lis 206-hydrol HME46	21	0,948
22	255lis 227-hydrol HME46	20	0,914
35	248 lis 160 hydrol HME 46	19	0,911
17	253-lis 224-hydrol HME46	18	0,89
20	265lis 372-hydrol HME46	17	0,869
33	251 lis 208 hydrol HME 46	16	0,867
31	238 lis 50 hydrol HME 46	15	0,844
30	262lis 275-hydrol HME46	14	0,825
13	240 lis 65-hydrol HME46	13	0,822
21	258lis 247-hydrol HME46	12	0,788
6	267 - lis 376 hydrol HME46	11	0,721
25	237lis 49-hydrol HME46	10	0,719
27	249lis 191-hydrol HME46	9	0,691
19	254lis 226-hydrol HME46	8	0,679
5	270 lis 425 hydrol HME46	7	0,67
24	236lis 48-hydrol HME46	6	0,65
18	242lis 67-hydrol HME 46	5	0,649
1	243-lis 371-hydrol HME 46	4	0,642
29	261lis 253-hydrol HME46	3	0,604
32	239 lis 64 hydrol HME 46	2	0,429
23	266lis 375-hydrol HME46	1	0,406

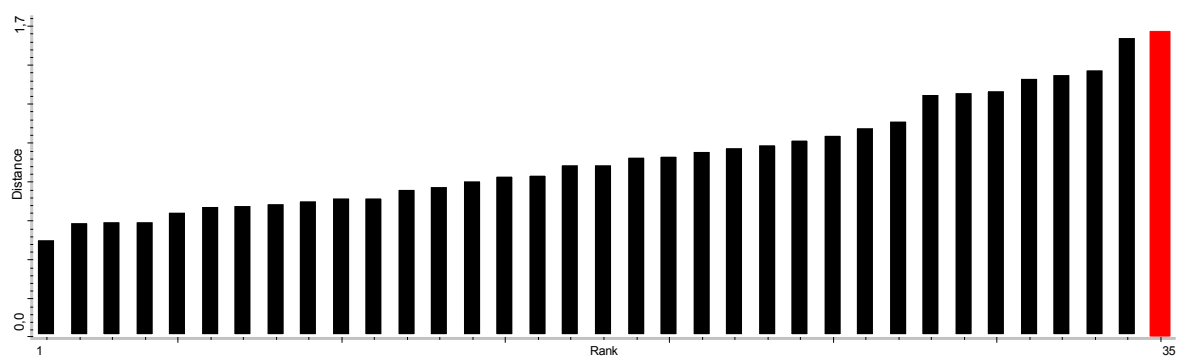


Obr. 3 Sloupcový graf odlehlých bodů kalibrace

Příloha IV – Olej Fuchs Renolin Hydro HME 46 – číslo kyselosti TAN

Tab.4 Seznam standardů

Index	Spectrum Title	Rank	Distance
34	263 lis 225 hydrol HME 46	35	1,573
2	244-lis125-hydrol HME46	34	1,545
5	270 lis 425 hydrol HME46	33	1,382
14	241 lis 66-hydrol HME46	32	1,357
11	246-lis 127-hydrol HME46	31	1,338
9	257lis-hydrol HME 46-233	30	1,276
3	259-lis 239 hydrol HME 46	29	1,267
15	252-lis 223-hydrol HME46	28	1,253
16	264-lis 316-hydrol HME46	27	1,117
8	268 - lis 422 hydrol HME46	26	1,087
20	265lis 372-hydrol HME46	25	1,045
25	237lis 49-hydrol HME46	24	1,022
10	245-lis 126-hydrol HME46	23	0,997
12	247-lis 134-hydrol HME46	22	0,981
35	248 lis 160 hydrol HME 46	21	0,964
26	260lis 244-hydrol HME46	20	0,938
28	250lis 206-hydrol HME46	19	0,934
17	253-lis 224-hydrol HME46	18	0,892
31	238 lis 50 hydrol HME 46	17	0,892
33	251 lis 208 hydrol HME 46	16	0,843
29	261lis 253-hydrol HME46	15	0,837
18	242lis 67-hydrol HME 46	14	0,812
7	256 - lis 228 hydrol HME46	13	0,782
4	269- 479 Hydrol HME 46	12	0,769
24	236lis 48-hydrol HME46	11	0,725
23	266lis 375-hydrol HME46	10	0,722
6	267 - lis 376 hydrol HME46	9	0,711
30	262lis 275-hydrol HME46	8	0,692
22	255lis 227-hydrol HME46	7	0,683
27	249lis 191-hydrol HME46	6	0,68
21	258lis 247-hydrol HME46	5	0,652
1	243-lis 371-hydrol HME 46	4	0,604
13	240 lis 65-hydrol HME46	3	0,6
19	254lis 226-hydrol HME46	2	0,597
32	239 lis 64 hydrol HME 46	1	0,508



Obr. 4 Sloupcový graf odlehých bodů kalibrace



Obr. 5 Laboratoř